

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

209638

(11)

(B4)

(51) Int. Cl.³

C 07 D 207/26

/22/ Prihlášené 30 06 80
/21/ /PV 4616-80/

(40) Zverejnené 27 02 81

(45) Vydané 15 02 83

(75)

Autor vynálezu

POLIEVKA MILAN ing. CSc., PRIEVIDZA, RATTAY VLADIMÍR ing.
a REPÁŠOVÁ IRENA ing., BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy 2-pyrolidónu

Vynález s názvom "Spôsob prípravy 2-pyrolidónu" rieši jeho prípravu hydrogenáciou monoamidu kyseliny maleinovej v prostredí organického rozpúšťadla, s výhodou v 2-pyrolidóne, pri teplote 150 až 280 °C a tlaku 6 až 25 MPa. V súčasnej dobe sa 2-pyrolidón javí dôležitým monomérom pri výrobe polyamidu.

Tento vynález sa týka spôsobu prípravy 2-pyrolidónu z momoamidu kyseliny maleinovej.

2-Pyrolidón sa pripravuje amonolýzou gama-butyrolaktónu pri teplote 200 až 250 °C a tlaku okolo 15,0 MPa. Amonolýzu gama-butyrolaktónu možno uskutočňovať buď v kvapalnej fáze pri teplote 200 až 250 °C za zvýšeného tlaku [Nemecký pat. 730 182/], alebo v parnej fáze pri teplote 200 až 400 °C [USA pat. 3 136 780/]. V prvom prípade sa dosahujú výťažky okolo 90 %, v druhom prípade vyše 90 %.

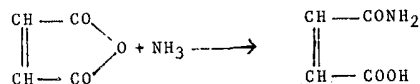
Amonolýza sa uskutočňuje amoniakom, ktorý však možno použiť aj vo forme solí, napr. chloridu amónneho [Jap. pat. 21 350 /1967/] a uhličitanu amónneho [Jap. pat. 27 239 /1968/].

Je chránený aj postup prípravy 2-pyrolidónu z maleinanhydridu jeho hydrogenáciou za prítomnosti amoniaku [Belg. pat. 624 324 /1961/].

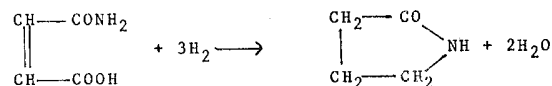
Uvádzaný známy spôsob prípravy 2-pyrolidónu z maleinanhydridu jeho hydrogenáciou za prítomnosti amoniaku je na prvý pohľad atraktívny, nakoľko ide o jednostupňový proces, z veľkotonážneho priemyselne bežne dostupného produktu. Nevýhodou tohto katalytického procesu je skutočnosť, že vznikajú vedľajšie produkty, ktoré nemožno dobre oddeliť bežnými deliacimi procesmi, napr. destiláciou a rektifikáciou a 2-pyrolidón, aj keď vysoko koncentrovaný, obsahuje nečistoty, ktoré znemožňujú jeho aplikáciu hlavne pre polymerizáciu.

Podľa tohto vynálezu sa spôsob prípravy 2-pyrolidónu, uskutočňuje sa tak, že sa hydrogenuje v prostredí organického rozpúšťadla, a výhodou v 2-pyrolidóne monoamid kyseliny maleinovej pri teplote 150 až 280 °C a za tlaku 6,0 až 25,0 MPa, s výhodou 8,0 až 17 MPa.

Pri príprave je výhodné vychádzať cez odlišný medziprodukt z podobného východiskového produktu, z maleinanhydridu. Najskôr sa pripraví monoamid kyseliny maleinovej:



V druhom stupni sa hydrogenáciou premení monoamid kyseliny maleinovej na 2-pyrolidón:



Prípravený monoamid kyseliny maleinovej sa rozpustí s výhodou v cieľovom produkte 2-pyrolidóne, čím sa proces zjednoduší, je energeticky menej náročný. Hydrogenácia sa uskutočňuje v tlakovej nádobe v autokláve pri príprave menších množstiev produktu, alebo v prietochnom reaktore s pevne uloženým katalyzátorom, ktorý je skrápaný reakčnou zmesou. Okrem 2-pyrolidónu možno ako rozpúšťadlo monoamidu kyseliny maleinovej použiť iné vhodné látky, ako napr. N-alkylpyrolidóny a dialkylformamidy. Z N-alkylpyrolidónov je priemyselne najdostupnejšie rozpúšťadlo N-metylpyrolidón, od ktorého sa oddeľuje cieľový produkt 2-pyrolidón destiláciou.

P r í k l a d 1

Do 0,5 l rotačného nerezového autoklávu sa nasadí 60 g monoamidu kyseliny jantárovej, rozpusteného v 240 cm³ 2-pyrolidónu. Ďalej sa pridá 20 g meďnato-zinočnato-chromitého katalyzátora. Autokláv sa uzavrie, vzduch sa vytesní vodíkom a vodík sa natlačí na tlak 12,0 MPa. Obsah sa vyhreje na 120 °C, táto teplota sa udržiava 1 hod. Ďalej sa obsah autoklávu vyhreje na 250 °C. Pri tejto teplote sa tlak udržiava 3 hodiny. Po vychladnutí autoklávu sa obsah analyzuje. Výťažok 2-pyrolidónu z monoamidu kyseliny maleinovej je 97 %.

P r í k l a d 2

Postupuje sa podobne ako v príklade 1 s tým, že studený tlak vodíka v 0,5 l rotačnom autokláve je 6,0 MPa. Po skončení reakcie a vychladnutí násady sa obsah autoklávu analyzuje. Výťažok 2-pyrolidón je 93 %.

P r í k l a d 3

Pri reakcii v autokláve sa postupuje podobne ako v príklade 1 s tým, že sa použije ako heterogénny katalyzátor meďnato-zinočnatý typ /bez chrómu/. Pracuje sa pri teplote 270 °C. 2-Pyrolidón sa získa vo výťažku 92 %.

P r í k l a d 4

Postup syntézy 2-pyrolidónu sa uskutočňuje v prietochom skrápanom reaktore s náplňou meďnato-zinočnatého katalyzátora /1 liter/. Roztok monoamidu kyseliny maleinovej v N-metylpyrolidóne sa do reaktora dávkuje v množstve $1,2 \text{ mól} \cdot \text{l}_{\text{kat}}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$. Teplota v reaktore sa udržiava pri 230 °C, tlak 6,0 MPa. Vodík sa recirkuluje cirkulačným kompresorom po oddelení od kvapalnej fázy, spotrebovaný podiel sa dopĺňa zo zásobníka čerstvého vodíka. Reakčný produkt sa analyzuje plynovou chromatografiou. 2-Pyrolidón sa získa vo výťažku 86 %.

P r í k l a d 5

Do 5 l rotačného autoklávu z nerezú sa naplní 2 200 g 30 % hmot. roztoku monoamidu kyseliny maleinovej a 220 g Cu-Zn-Cr katalyzátora. Po vytesnení vzduchu vodíkom, sa vodík natlačí na tlak 16,0 MPa. Obsah autoklávu sa vyhreje v priebehu 100 minút na 100 °C, potom na teplotu 270 °C. Pri teplote 270 °C sa udržiava tlak dosiahnutý po vyhriatí náplne 2 hodiny. Po skončení reakcie a schladnutí náplne sa obsah autoklávu vyberie, katalyzátor sa oddelí a obsah analyzuje. 2-Pyrolidón sa získa vo výťažku 88 %.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy 2-pyrolidónu, vyznačujúci sa tým, že sa hydrogenuje v prostredí organického rozpúšťadla, s výhodou v 2-pyrolidóne monoamid kyseliny maleinovej pri teplote 150 až 280 °C a za tlaku 6,0 až 25,0 MPa, s výhodou 8,0 až 17 MPa.