



CO7d 31/38

## POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 37817

Kl. 12 p, 1/01

Instytut Chemii Ogólnej\*)

Warszawa, Polska

### Sposób wytwarzania kwasu izonikotynowego z zasad pirydynowych

Udzielono patentu z mocą od dnia 15 czerwca 1954 r.

Wiadomo, że z mieszaniny zasad pirydynowych wydziela się za pomocą rektyfikacji obok niższych frakcji tak zwaną frakcję 3°-wą, wrzącą w granicach temperatur 142 — 145°C i zawierającą 3-pikolinę, 4-pikolinę i 2,6-lutydynę. Wszystkie pozostałe izomeryczne lutydyny, oraz wyższe alkilopirydyny zbierane są we frakcjach wyżej wrzających, będących wieloskładnikowymi mieszaninami. Wydzielenie z nich przez destylację poszczególnych izomerów w stanie czystym praktycznie nie jest możliwe ze względu na małe różnice temperatur wrzenia poszczególnych składników. Jak wykazały badania w czasie destylacji tej mieszaniny wyodrębnić można dwie zasadnicze frakcje: 1. niższą — zwaną dalej lutydynową, której głównym składnikiem jest 2,4 — lutydyna, wrząca w temperaturze 157°C. 2. wyższą — zwaną dalej kolidynową, której głównym składnikiem jest

2,4,6 — kolidyna wrząca w temperaturze 171°C.

Poza tym oczywiście w czasie destylacji otrzymuje się frakcje pośrednie w ilości zależnej od selektywności kolumny i prowadzenia destylacji.

Dotychczas znane metody jak np. zastrzeżona w patencie nr 36405 przewiduje łączne utlenienie i dekarboksylację, zarówno izomerów, prowadzących do kwasu izonikotynowego, jak i tych, które po odszczepieniu grupy COOH w położeniu 2 dają kwas nikotynowy i następne rozdzielenie otrzymanych kwasów. Wiadomym jest jednak, że kwasy dwukarbonowe prowadzące po przerobieniu do kwasu nikotynowego wymagają znacznie ostrzejszych warunków, to jest przede wszystkim znacznie wyższej temperatury dekarboksylacji aniżeli izomery dające kwas izonikotynowy. W rezultacie dostosowanie procesu dekarboksylacji do izomerów najtrudniej dekarboksylujących z jednej strony komplikuje technologię procesu, a z dru-

\*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są: Wojciech Świętosławski, Andrzej Bylicki, Danuta Rostafińska i Władysław Janek.

głej strony zmniejsza wydajność kwasu izonikotynowego, który w wyższej temperaturze ulega częściowemu rozkładowi.

Istotą wynalazku jest sposób przerobu frakcji lutydynowej i kolidynowej przez utlenianie i dekarboksylację wprost do kwasu izonikotynowego, a nie do mieszaniny kwasów nikotynowych, przy czym zależnie od wymaganego stopnia czystości kwasu izonikotynowego przerobowi poddawać można całą frakcję lutydynową, lub kolidynową wyciętą w odpowiednio wąskich granicach temperatur lub mieszaninę tych frakcji, lub też wydzielać można z odpowiedniej frakcji składnik główny to jest 2,4 — lutydynę, lub 2,4,6 — kolidynę jedną ze znanych metod, np. za pomocą krystalizacji soli chlorowodorowych, i tak wydzielone składniki pojedynczo lub łącznie utleniać i dekarboksylować na kwas izonikotynowy.

Korzyści metody tej w stosunku do zastrzeżonej patentem nr 36405 polegają na tym, że dekarboksylację prowadzić można w szczególnie dogodnych warunkach odnośnie środowiska jak i temperatury, oraz że produktem dekarboksylacji

jest kwas izonikotynowy znajdujący bezpośrednie zastosowanie, a nie mieszanina kwasów, którą poddawać trzeba rozdzielaniu.

#### Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania kwasu izonikotynowego z zasad pirydynowych, znamieny tym, że z szerokiej frakcji zasad tych wydziela się za pomocą destylacji takie frakcje, w których składnikiem głównym jest 2,4 — lutydyna lub 2,4,6 — kolidyna lub też oba te składniki obok siebie i frakcje te utlenia się i dekarboksyluje na kwas izonikotynowy.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że z odpowiednich frakcji wydziela się składniki główne to jest 2,4 — lutydynę lub 2,4,6 — kolidynę jedną ze znanych metod, np. przez frakcjonowaną krystalizację ich soli chlorowodorowych, i wyodrębnione składniki poddaje się oddzielnie lub łącznie dalszemu przerobowi na kwas izonikotynowy.

Instytut Chemii Ogólnej

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych

210