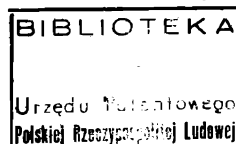




009d

34/36



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 44163

Kl. 12 p. 1/01

Instytut Chemii Ogólnej *)

Warszawa, Polska

Sposób odzyskiwania kwasów pirydynokarboksylowych z roztworów wodnych lub z mieszanin stałych o dużej zawartości soli nieorganicznych.

Patent trwa od dnia 28 kwietnia 1960 r.

Kwasy nikotynowe otrzymywane na drodze utleniania zasad pochodnych pirydyny i chinoliny wytrąca się, zależnie od użytej metody utleniania, z roztworów kwaśnych lub zasadowych przez zobojętnianie ich do odpowiedniego pH. Po odsączeniu wytrąconych w ten sposób kwasów pirydynokarboksylowych uzyskany przesącz stanowi nasycony roztwór wodny tych kwasów oraz soli nieorganicznych, co uniemożliwia wyodrębnienie z niego w tych warunkach na drodze krystalizacji zawartej w nim reszty kwasów nikotynowych na skutek jednoczesnego wytrącania się soli nieorganicznych. Dalsze odparowywanie przesączu prowadzi jedynie do otrzymywania mieszanin ciekłych lub stałych tych substancji.

Stwierdzono, że ze wzrostem pH rozpuszczalność w wodzie soli metali alkalicznych kwasów nikotynowych jest wielokrotnie większa aniżeli wolnych kwasów, podczas gdy rozpuszczalność

soli nieorganicznych maleje ze wzrostem pH.

Sposób według wynalazku opracowano w oparciu o powyższe stwierdzenie. Polega on na tym, że do roztworów wodnych lub mieszanin stałych kwasów nikotynowych z dużą ilością soli nieorganicznych dodaje się wodorotlenki lub węglany metali alkalicznych, w wyniku czego otrzymuje się roztwór łatwo-rozpuszczalnych soli kwasów pirydynokarboksylowych i metali alkalicznych oraz soli nieorganicznych. W przypadku mieszanin stałych kwasów nikotynowych z dużą ilością soli nieorganicznych wprowadza się dodatkowo niewielką ilość wody w wyniku czego otrzymuje się w roztworze sole kwasów pirydynokarboksylowych i metali alkalicznych obok soli nieorganicznych, których nadmiar pozostaje nierozpuszczony. Roztwór ten zateża się przez odparowanie do chwili pojawienia się na gorąco kryształów soli nieorganicznych a następnie chłodzi do temperatury otoczenia, w wyniku czego krystalizują sole nieorganiczne, natomiast sole kwasów nikotynowych pozostają w roztworze.

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest Jan Małczyński.

Po oddzieleniu wytrąconych soli nieorganicznych przez odsączenie roztwór wodny soli kwasów nikotynowych zakwasza się kwasem mineralnym do właściwego pH np. 3,5, wytrącając w ten sposób kwasy pirydynokarboksylowe, które następnie odsąca się i suszy. Do zakwaszania alkalicznego roztworu wodnego soli kwasów pirydynokarboksylowych użyć można zamiast czystego kwasu mineralnego wodnych roztworów kwasów nikotynowych zawierających nadmiar kwasu mineralnego otrzymywanych przy stosowaniu niektórych metod wyodrębniania kwasów nikotynowych, w wyniku czego wytrącają się jednocześnie kwasy nikotynowe zawarte w roztworze alkalicznym i kwaśnym.

Sposób według wynalazku okazał się dogodny np. przy odzyskiwaniu reszty kwasu nikotynowego i izonikotynowego zawartych w ługach pokrystalicznych po odsączeniu wytrąconych kwasów nikotynowych otrzymanych na drodze utleniania mieszaniny 3- i 4-pikoliny za pomocą nadmanganianu potasu. Ługi pokrystaliczne alkaliczuje się do pH = 7,5—9,0 dodając odpowiedniego wodorotlenku w stanie stałym lub w roztworze następnie zateża w temperaturze wrzenia do pojawienia się kryształów na gorąco, po czym chłodzi do temperatury otoczenia i odsąca wytrącony osad soli nieorganicznych. Z przesączu wytrąca się kwasy nikotynowe przez zakwaszenie go kwasem mineralnym do właściwego pH np. 3,5, powiększając w ten sposób uzysk kwasów o około 10—15 %.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób odzyskiwania kwasów pirydynokar-

boksylowych z roztworów wodnych lub z mieszanin stałych o dużej zawartości soli nieorganicznych, znamieny tym, że mieszaninę stałą lub roztwór wodny alkaliczuje się za pomocą wodorotlenków lub węglanów metali alkalicznych w ilości stechiometrycznej lub w niewielkim nadmiarze w stosunku do kwasów pirydynokarboksylowych zawartych w mieszaninie, przy czym kwasy pirydynokarboksylowe przechodzą do roztworu w postaci łatwo rozpuszczalnych w wodzie soli metali alkalicznych a sole nieorganiczne, które w przypadku mieszanin stałych pozostają nierozpuszczone a w przypadku roztworów wodnych wytrącają się po podgęszczeniu roztworu odsąca się, po czym z otrzymanego przesączu wytrąca kwasy pirydyno-karboksylowe jednym ze znanych sposobów, np. przez zakwaszenie go kwasem mineralnym do odpowiedniego pH.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że od alkaliczowania stosuje się wodorotlenki o tym samym kationie co kation soli rozpuszczonej w roztworze wodnym czy też soli obecnej w mieszaninie stałej.
3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamieny tym, że kwasy nikotynowe zawarte w roztworach alkalicznych odzyskuje się stosując do zobojętniania i zakwaszania tych roztworów roztwór kwasów nikotynowych i soli nieorganicznych zawierający nadmiar kwasu mineralnego, w wyniku czego wytrącają się jednocześnie kwasy nikotynowe zawarte w roztworze alkalicznym i kwaśnym.

Instytut Chemii Ogólnej