

BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

C07d 31/18

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 37818

Kl. 12r, 1/01

Instytut Chemii Ogólnej*)

Warszawa, Polska

Sposób otrzymywania zasad pirydynowych z olejów smołowych

Udzielono patentu z mocą od dnia 15 czerwca 1954 r.

Jak wiadomo zasady pirydynowe występują w produktach destylacji smoły węglowej zarówno obok związków o charakterze kwaśnym jak i obojętnym. Z tego względu, pomimo że granice wrzenia najcenniejszych zasad pirydynowych to jest pirydyny, pikolin i lutydyn zawarte są w granicach temperatur 115 — 160°C, zasady te przechodzą częściowo w czasie destylacji do znacznie wyższych frakcji tworząc azeotropy ujemne ze składnikami kwaśnymi lub dodatnio — ujemne z kwaśnymi i bojętnymi.

Prowadzi to do rozproszenia zasad pirydynowych w szerokich frakcjach olejów smołowych. Niski procent zasad i konieczność przerabiania dużej masy oleju jest przyczyną poważnych trudności i małej wydajności procesu wyodrębniania zasad. Najbardziej rozpowszechniona metoda skstrakcji zasad z olejów za pomocą rozcieńczonych kwasów daje dobre rezultaty w

przypadku znacznego stężenia zasad, łatwo jest bowiem doprowadzić ich stężenie w wyekstrahowanym oleju do 1%, lub nieco poniżej, natomiast ilościowe wymycie komplikuje znacznie technologię procesu i nawet przy ekstrakcji ciągłej lub wielostopniowej jest osiągane z dużą trudnością. Dlatego też w przypadku wymywania zasad z oleju karbolowego, w którym zawartość zasad jak wykazały badania waha się w granicach 2 — 3%, wydajność procesu często w praktyce nie przekracza 50%. Istotą wynalazku jest sposób otrzymywania zasad pirydynowych z olejów smołowych, polegający na otrzymywaniu wąskich frakcji o znacznym stężeniu zasad na drodze destylacji odpowiednich olejów po uprzednim ich odkwaszeniu to jest usunięciu tym samym czynnika azeotropowego, powodującego przechodzenie nisko wrzących zasad do wyższych frakcji olejów.

Sposób ten okazał się szczególnie dogodny do wyodrębniania zasad z oleju karbolowego, w którym zawarta jest niemal cała ilość nisko

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są: Wojciech Świętosławski, Andrzej Bylicki, Zygmunt Lisicki, Danuta Rostańska, Tadeusz Bogucki i Kazimierz Zięborak.

wrzących zasad pirydynowych ze smoły węglowej. Występujące tu węglowodory aromatyczne, wrzące powyżej 160°C, destylują azeotropowo z zasadami pirydynowymi i dają się oddzielić na odpowiednio selektywnych kolumnach; ilość węglodorów alifatycznych tworzących z zasadami mieszaniny azeotropowe jest znikomo mała; stosunkowo niewielka jest również ilość związków aromatycznych wrzących poniżej 160°C i destylujących łącznie z zasadami pirydynowymi.

Jak wykazały badania redestylacja odkwaszonego oleju karbolowego na kolumnie 15-to półkowej prowadzi do zagęszczenia praktycznie całej ilości zawartych w oleju zasad pirydynowych w pierwszych 20% destylatu, przy czym stężenie zasad w pierwszych frakcjach przerobu wynosi 30%.

Umożliwia to znacznie bardziej ekonomiczne wyzyskanie aparatury do ekstrakcji zasad i osiągnięcia bez trudu na prostych płuczkach okresowych wydajności przekraczającej 90%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania zasad pirydynowych z olejów smołowych znamienny tym, że z danej frakcji oleju usuwa się za pomocą jednej ze znanych metod składniki kwaśne,

tworzące z zasadami mieszaniny azeotropowe ujemne i tak odkwaszoną mieszaninę poddaje się destylacji, wskutek czego zasady pirydynowe gromadzą się we frakcjach wrzących poniżej 170°C, skąd uzyskuje się je za pomocą jednej ze znanych metod, np. za pomocą ekstrakcji rozcieńczonym kwasem siarkowym.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że w czasie destylacji odkwaszonego oleju zbiera się oddzielnie wąskie frakcje odpowiadające granicom wrzenia odpowiedniej frakcji zasad pirydynowych np: pirydyny, 2-pikoliny, frakcji pikolinowej trzystopniowej, frakcji lutydynowej i frakcje te przerabia się oddzielnie otrzymując mieszaniny wolnych zasad wzbogacone w odpowiednie składniki.
3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że stosuje się olej karbolowy otrzymany z ciągłej lub okresowej destylacji smoły węglowej.
4. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że stosuje się niższą, tak zwaną karbolową frakcję oleju otrzymanego z redestylacji oleju płuczkowego z olejem odciekowym.

Instytut Chemii Ogólnej
Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych