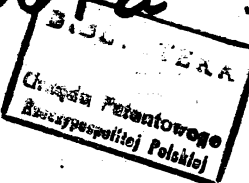


Warszawa, dnia 30 lipca 1953 r.

URZĄD PATENTOWY



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 35452

Kl. 12 p, 1/01

Główny Instytut Chemii Przemysłowej*)

(Warszawa, Polska)

Sposób rozdzielania mieszaniny kwasów nikotynowego i izonikotynowego

Udzielono patentu z mocą od dnia 1 czerwca 1951 r.

Jak stwierdzono, kwasy nikotynowy i izonikotynowy tworzą doskonały układ eutektyczny dwuskładnikowy, wskutek czego nie jest możliwe zupełne rozdzielenie obu tych kwasów wprost przez krystalizację ich mieszaniny, a co najwyżej można wydzielić część składnika, będącego w nadmiarze w stosunku do składu eutektycznego.

Sposób według wynalazku polega na tym, że używając jako rozpuszczalnika dla kwasów nikotynowego i izonikotynowego trzeciego składnika, tworzącego z nimi potrójny eutektyk niedoskonały, uzyskuje się zmianę w stosunku rozpuszczalności obu kwasów w zależności od temperatury, co pozwala na zupełne rozdzielenie mieszaniny obu kwasów przez krystalizację na przemian w różnych temperaturach.

*) Właściciel patentu oświadczył, że wynalazcami są W. Świętosławski, A. Bylicki i Z. Liński w Warszawie.

Jak stwierdzono, stosunek rozpuszczalności kwasu nikotynowego do izonikotynowego np. w wodzie osiąga minimum w temperaturze 35 — 45°C, wynoszące około 2,8:1, wzrasta natomiast z obniżeniem lub podwyższeniem temperatury poza powyższy zakres, osiągając w temperaturze 0°C około 3,3:1, w temperaturze 100°C około 3,7:1, a w temperaturze 165°C około 7:1.

Korzystając z tych właściwości, w celu rozdzielania mieszaniny kwasów zadaje się ją taką ilością rozpuszczalnika, by w danej temperaturze uzyskać zupełne rozpuszczenie jednego ze składników mieszaniny, przy czym część drugiego składnika, będącego w nadmiarze w stosunku do ilości rozpuszczalnej w danych warunkach, pozostaje nie rozpuszczona.

Po oddzieleniu nie rozpuszczonej fazy stałej od roztworu jednym ze znanych sposobów, dostosowanym do warunków ciśnienia i temperatury, doprowadza się roztwór mieszaniny do temperatury, w której stosunek rozpuszczalności

obu kwasów jest różny od stosunku rozpuszczalności w temperaturze poprzedniego oddzielania, a następnie odparowuje się w razie przejścia z niższej temperatury do wyższej lub też dodaje pewną ilość rozpuszczalnika w razie przejścia z wyższej temperatury do niższej tak, by uzyskać roztwór nasycony składnikiem drugim, poprzednio wydzielanym, przy czym część składnika pierwszego pozostaje nie rozpuszczona lub też krystalizuje z przesyconego roztworu.

Po oddzieleniu od częściowo wydzielonego składnika pierwszego doprowadza się roztwór do temperatury pierwszego rozdzielania i wydziela znów składnik drugi jak poprzednio.

Czynności powyższe powtarza się wielokrotnie wydzielając na przemian w różnych temperaturach raz jeden, a raz drugi składnik mieszaniny, aż do zupełnego jej rozdzielania.

Przykład: 10 g mieszaniny o zawartości 86% kwasu nikotynowego rozpuszcza się w 85 ml wody w temperaturze 100°C, a następnie oziębia się do 35°C i wydziela się 4,6 g kwasu nikotynowego, otrzymując w roztworze mieszaninę o składzie 74% kwasu nikotynowego i 26% kwasu izonikotynowego. Z kolei odparowuje się roztwór do sucha, dodaje 8,5 g wody, ogrzewa pod ciśnieniem do 126°C i oddziela od roztworu nie rozpuszczoną pozostałość kwasu izonikotynowego w ilości 0,65 g. W roztworze otrzymuje się mieszaninę o składzie 84% kwasu nikotynowego i 16% kwasu izonikotynowego, z którą postępuje się jak poprzednio, dodając odpowiednią ilość wody i wydzielając znów w 35°C nadmiar kwasu nikotynowego. Prowadząc dalej

krystalizację naprzemian w 35°C i 126°C uzyskuje się zupełne rozdzielanie mieszaniny.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób rozdzielania mieszaniny kwasów nikotynowego i izonikotynowego, znamienny tym, że mieszaninę zadaje się w określonej temperaturze taką ilością wody, alkoholu lub innego odpowiednio dobranego rozpuszczalnika lub ich mieszaniny, by uzyskać roztwór nasycony oboma kwasami oraz nie rozpuszczoną część tego kwasu, który znajdował się w nadmiarze w stosunku do ilości rozpuszczalnej w danych warunkach, a następnie, po oddzieleniu nierozpuszczonej części od roztworu, jednym ze znanych sposobów dostosowanym do warunków ciśnienia i temperatury doprowadza się roztwór do temperatury, w której stosunek rozpuszczalności obu kwasów jest inny od stosunku rozpuszczalności w temperaturze pierwszego wydzielania i w zależności, czy przechodzi się z temperatury wyższej do niższej, czy też na odwrót z niższej do wyższej, dodaje się lub też odparowuje pewną ilość rozpuszczalnika tak, by uzyskać roztwór nasycony oboma rozdzielanymi kwasami oraz nierozpuszczoną część drugiego kwasu, będącego w nadmiarze, po czym po oddzieleniu części nie rozpuszczalnej od roztworu jednym ze znanych sposobów dostosowanym do warunków ciśnienia i temperatury, powtarza się proces od początku.

Główny Instytut Chemii
Przemysłowej

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych