



279111

PATENTE DE INTRODUCCION

por "Un procedimiento para la obtención de ácidos piridincarboxílicos"

a favor de Don Antonio Bulbena Sanz, de nacionalidad española,
5 domiciliado en Barcelona, calle de Aribau, nº 29.

MEMORIA DESCRIPTIVA

La preparación de ácidos piridincarboxílicos, especialmente el ácido nicotínico y el ácido isonicotínico, se efectúa generalmente oxidando las alquil-piridinas o la quinoleína mediante distintos oxidantes, tales como el permanganato potásico,
10

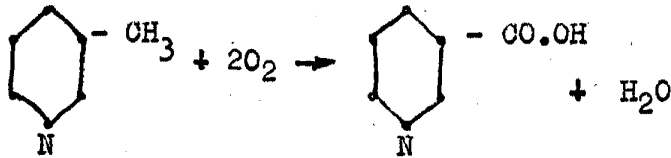
272411



el bicromato potásico, el ácido sulfúrico unido a distintos catalizadores, o el ácido nítrico a alta temperatura y presión.

5 La presente patente se refiere a un procedimiento que consiste en oxidar las alquil-piridinas o la quinoleína mediante aire, representando ello un importante ahorro en la obtención de estos compuestos, a la vez que se obtienen rendimientos bastante altos, generalmente del orden del 80 al 90 %.

10 El esquema de la reacción que tiene lugar y tomando como ejemplo la oxidación de la beta-picolina a ácido nicotínico es como sigue:



15 Esta reacción se efectúa mezclando la alquil-piridina o la quinoleína que se trata de oxidar con aire y una cantidad de vapor de agua de alrededor de cinco a diez veces en peso respecto a la misma, calentando dicha mezcla alrededor de los 300 °C. y haciéndola atravesar a través de un catalizador formado por óxidos de vanadio depositados sobre gel de sílice.
20 Una vez ha atravesado el catalizador, se enfría la mezcla gaseosa a unos 60°C. con lo que se separa el ácido piridincarboxílico en un estado de tal pureza que puede ser usado en otra manipulación, agua que se condensa, y finalmente, la al-



272411

quil-piridina o la quinoleina que no ha reaccionado, queda mezclada en el aire, la que a su vez puede ser separada mediante burbujeo a través de una solución ácida. Es conveniente a fin de aumentar rendimientos añadir al catalizador ciertos activadores siendo de los más convenientes el ácido sulfúrico y el bisulfato potásico.

Se indica a continuación un ejemplo para la preparación de un catalizador a base de óxido de vanadio depositado sobre gel de sílice y activado con ácido sulfúrico y bisulfato potásico, y un ejemplo de una oxidación de una alquilpiridina, no limitando con esto la extensión de la Patente.

1.^o.- Preparación del catalizador:

4,1 gramos de metavanadato amónico se disuelven con 50 cc. de agua, se le añade 25 gr. de ácido oxálico y 15 gr. de ácido sulfúrico concentrado y se calienta a 75°C. hasta que aparezca una solución clara, Se le añade a esta solución 50 cc. de gel de sílice y se deja reposar durante dos horas a 50 °C. Séquese dicha gel de sílice a 80°C y oxidase a 260 °C. con aire.

2.^o.- Preparación de un ácido piridincarboxílico a partir de una alquil-piridina:

Una mezcla de 0,192 gr. de beta-picolina 2 gr. de agua y 20 l. de aire, pasense en el transcurso de una hora a través de 80 cc. de catalizador preparado como se indica anteriormente y manteniendo la temperatura a unos 290°C. Al enfriarse la mezcla gaseosa se obtienen 0,15 gr. de ácido nicotínico. Haciendo burbujear el aire residual a través de una solución de ácido clorhídrico se obtiene 0,12 gr. de beta-



272411

picolina.

N O T A

Se reivindica como objeto de la presente patente de introducción:

5 1º.- Un procedimiento para la obtención de ácidos piridincarboxílicos (especialmente el ácido nicotínico y el ácido isonicotínico), mediante la oxidación de una alquil-piridina (especialmente la beta-picolina, la gama-picolina o la 2-metil-5-etil-piridina) o la quinoleina, con aire,
10 haciendo pasar una mezcla de una alquil-piridina o quinoleina y aire, añadiéndole o no vapor de agua, a través de un catalizador y manteniendo la temperatura por debajo de los 350°C.

15 2º.- El procedimiento de referencia, según 1) en el que el catalizador a través del que se hace pasar la mezcla de alquil-piridina o quinoleina y aire, está formado por óxidos de vanadio.



272411

3º.- El procedimiento de referencia, según 1) en el que el catalizador a través del que se hace pasar la mezcla de alquil-piridina o quinoleina y aire, está formado por óxidos de vanadio depositados en un gel de sílice.

5 4º.- El procedimiento de referencia según 1) en el que el catalizador a través del que se hace pasar la mezcla de alquil-piridina o quinoleina y aire, está formado por óxidos de vanadio depositados en un gel de sílice y conteniendo como activador el bisulfato de un metal alcalino (especialmente el bisulfato de potasio).

10

5º.- El procedimiento de referencia según 1) en el que el catalizador a través del que se hace pasar la mezcla de alquil-piridina o quinoleina y aire, está formado por óxidos de vanadio depositados en un gel de sílice y conteniendo como activador el bisulfato de un metal alcalino (especialmente el bisulfato de potasio) y un ácido no volátil como el ácido sulfúrico o el ácido fosfórico.

15

6º.- UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ACIDOS PIRIDINCARBOXILICOS.

20 Y todo cuanto afecte a la esencialidad de lo descrito en la presente memoria que consta de cinco hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

Barcelona, 2 de Noviembre de 1.961

Don Antonio BULBENA SANZ

p/a.

