

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА РЕГЕНЕРАЦИИ АЦЕТОНА В ПРОИЗВОДСТВЕ ЦИНКОВОЙ СОЛИ ЦЕФАЛОСПОРИНА С

© *О.В. Фирсова, Пензенский государственный технологический университет (г. Пенза, Россия)*

© *К.Р. Таранцева, Пензенский государственный технологический университет (г. Пенза, Россия)*

INVESTIGATION OF REGENERATION OF ACETONE IN PRODUCTION OF ZINC SALT OF CEPHALOSPORIN C

© *O.V. Firsova, Penza State Technological University (Penza, Russia)*

© *K.R. Tarantseva, Penza State Technological University (Penza, Russia)*

Рассмотрен процесс регенерации ацетона в производстве цинковой соли цефалоспорина С. Показано, что метод дробной перегонки дает возможность достаточно полно регенерировать ацетон из его отходов с выходом 93,0-95%.

Ключевые слова: регенерация, ацетон, цинковая соль цефалоспорина.

The process of regeneration of acetone in the production of zinc salt of cephalosporin discussed. It is shown that the method of fractional distillation enables regenerate acetone from its waste with output 93,0-95%.

Key words: regeneration, acetone, zinc salt of cephalosporin

Цинковая соль цефалоспорина С является сырьем для получения 7-аминоцефалоспориновой кислоты, ключевого продукта синтеза большинства полусинтетических цефалоспоринов, имеющих большое терапевтическое значение [1-3].

В технологическом процессе получения цинковой соли цефалоспорина С ацетон используется для промывки конечного продукта и в виде 12%-ного водного раствора в качестве элюента цефалоспорина С с полисорба С-60/100. связи с этим при регенерации ацетона из отходов необходимо получить растворитель в виде фракции, пригодной для промывки цинковой соли цефалоспорина С и в виде разбавленного водного раствора с концентрацией не менее 12-15% с целью возврата данного отхода в производство.

Регенерацию проводили в виде простой ректификации ацетонсодержащих водных технологических маточников в ректификационных колоннах по схеме, представленной на рисунке 1.

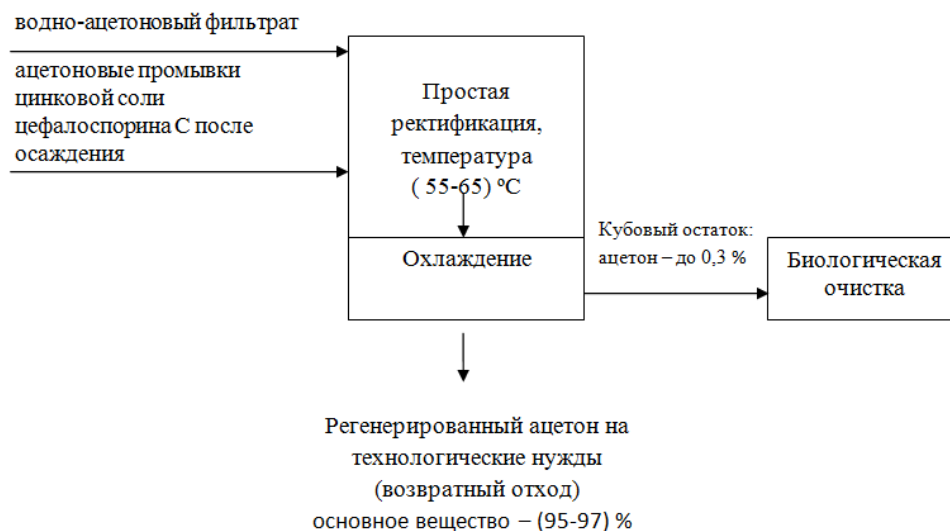


Рисунок 1 – Схема образования и регенерации ацетонсодержащих технологических стоков

Исследования по регенерации ацетона проводились на объединенных растворах отработанного ацетона, полученных в ходе технологического процесса производства цинковой соли цефалоспорина С на опытно-промышленной установке ПНИТИА:

- 1) водно-ацетонового фильтрата с анионита АН-80-7п, содержащего 10,0 - 14,0% ацетона;
- 2) ацетоновых промывок цинковой соли цефалоспорина С после осаждения, содержащих 74,0 - 77,0% ацетона.

Полученную смесь отходов с величиной рН 3,5 - 4,5 с концентрацией ацетона 12,0 - 18,0% перед перегонкой подвергали нейтрализации 20%-ным раствором едкого натра до величины рН 6,4 - 6,8. Расход раствора щелочи составил 5 - 7 мл на 1 л регенерируемой смеси.

После нейтрализации смесь нагревали до кипения и отгоняли фракции ацетона с содержанием 85,0 - 95,0% и 15,83 - 42,50%. Отгонка разбавленной фракции продолжалась до исчерпывания ацетона в кубовом остатке до величины 0,052%.

Содержание ацетона и воды в исходной смеси, отгонах, кубовом остатке определялось методом газожидкостной хроматографии (ГЖХ).

Характеристики исследуемых сред и результаты экспериментов по регенерации ацетона представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Характеристики исследуемых сред

Наименование	Ед. измер	Номер операции				
		1	2	3	4	5
1. Загружено						
1.1. смесь отработанного фильтрата с анионита и промывного ацетона после осаждения цинковой соли цефалоспорины С, в том числе: ацетон	г	245,0	241,6	243,3	240,3	244,8
	%	12,88	16,0	16,0	17,02	13,03
1.2. Натр едкий	г	2,44	1,83	1,90	1,80	2,50
	%	20	20	20	20	20
2. Характеристика регенерируемой смеси						
2.1. плотность	г/см ³	0,980	0,966	0,973	0,961	0,979
2.2. рН до нейтрализации	-	3,7	4,7	4,7	3,5	3,3
2.3. рН после нейтрализации	-	8,4	8,4	8,6	8,5	8,6
3. Режим работы						
3.1. При отборе I фракции (85-95%-ный ацетон) Температурный интервал	°С	56,5-80,0	56,5-85,0	56,5-85,0	56,5-87,0	56,5-90,0
3.2. При отборе II фракции (15,83-42,50%-ный ацетон) Температурный интервал	°С	80,0-99,5	85,0-99,5	85,0-100,05	87,0-99,0	90,0-99,5
4 Получено						
4.1. Ацетон I фракция, в том числе ацетон	г	15,10	33,70	35,25	39,20	26,90
	г/см ³	0,795	0,80	0,770	0,817	0,801
	%	95,4	93,2	93,8	90,5	89,7
4.2. Ацетон II фракция, в том числе ацетон	г	14,40	31,40	33,06	35,48	24,13
	г/см ³	0,90	0,92	0,95	0,93	0,96
	%	39,08	42,50	22,10	15,83	26,20
4.3. Кубовый остаток, в том числе ацетон	г	14,99	5,48	3,37	4,75	4,77
	%	Следы	0,052	0,039	Следы	Следы
4.4. Потери за счет испарения и неучтенные механические потери	г	-	0,10	0,074	-	-
	г	2,85	1,70	2,90	2,30	3,0
5. Выход ацетона						
5.1. С I фракцией	%	45,87	81,23	84,92	86,70	14,95
5.2. Общий	%	93,63	95,42	93,58	94,99	90,59

Кубовый остаток со стадии регенерации ацетона характеризуется: ХПК – 7670 мг/л; БПК₅ – 3840 мг/л.

Состав образующегося кубового остатка позволяет, без дополнительных приёмов улавливания, разбавлять его и направлять на биологические очистные сооружения предприятия.

Минимальная концентрация ацетона, пригодного для промывки цинковой соли цефалоспорины С, была найдена экспериментально (табл. 2).

Таблица 2 – Качественная характеристика цинковой соли цефалоспорины С, отмытой регенерированным ацетоном

Массовая доля регенерированного ацетона, %	Качественная характеристика отмытой соли цефалоспорины С			
	Угол вращения	Удельное поглощение	Массовая доля воды, %	Массовая доля основного вещества, %
99,0 товарный ацетон	88,3	174,04	9,50	87,0
95,0	88,3	177,60	9,75	88,5
90,0	89,8	172,30	9,25	86,4
85,0	90,6	174,80	9,75	87,2
Норма по проекту ТУ «Цефалоспорин С цинковая соль (Для получения 7-АЦК)»				
	85-95	170-181	Не более 8%	Не менее 87%

Из таблиц 1, 2 видно, что фракция ацетона с содержанием 85-95% может быть использована для отмывки цинковой соли цефалоспоринона С без ухудшения качества и выхода конечного продукта, по сравнению с использованием для этой цели товарного ацетона.

Все образцы цинковой соли цефалоспоринона С, отмываемые товарным и регенерированным ацетоном с концентрацией последнего 95-85%, соответствуют требованиям проекта ТУ «Цефалоспоринона С цинковая соль (для получения 7-аминоцефалоспориновой кислоты)».

Полученные фракции водного ацетона после соответствующего разбавления применимы для десорбции цефалоспоринона С и регенерации полисорба С-60-/100 в процессе получения цинковой соли цефалоспоринона С.

Степень чистоты полученного по данной методике ацетона подтверждена данными газожидкостного анализа и не содержит посторонних компонентов (рис. 2).

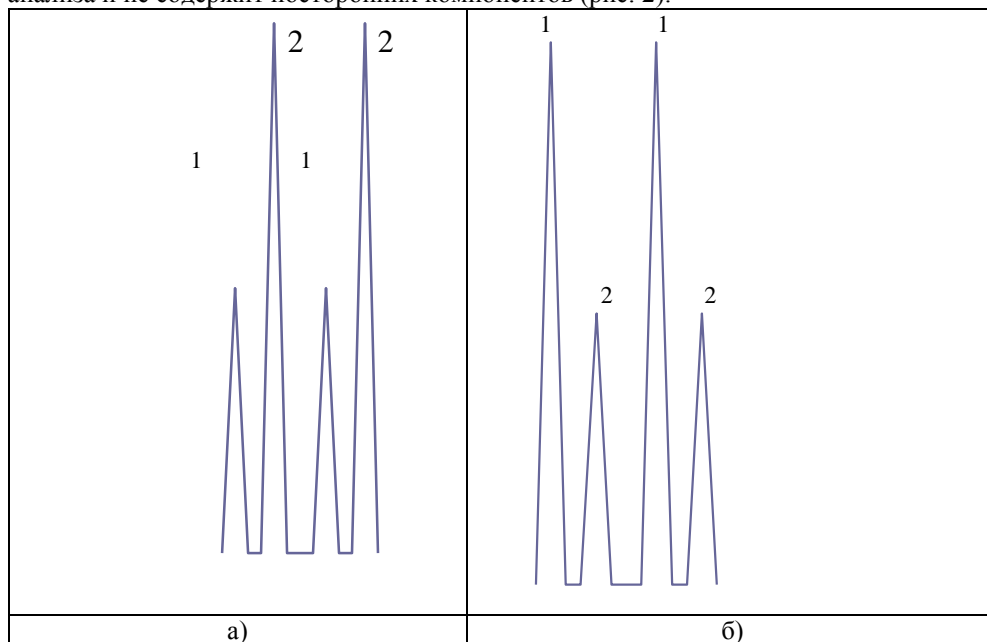


Рисунок 2 – Фракция ацетона с массовой долей 90-95% (а) и 15,83-42,50% (б) основного вещества: 1 - вода; 2 – ацетон

Таким образом, анализ полученных результатов показывает, что метод дробной перегонки дает возможность достаточно полно регенерировать ацетон из его отходов. Выход ацетона по отношению к его количеству в исходной смеси, поступающей на регенерацию, составляет 93,0-95 %.

Список литературы

1. Курочкина В.Б., Ныс П.С. Новые беталактамы структуры. // Проблемы конструирования. Антибиотики и химиотерапия. – 2002. – 47, 2. – С. 29-37.
2. Huber F.M., Chauvette R.R., Jackson B.G. Preparative methods for 7-aminocephalosporanic acid and 6-aminopenicillanic acid // Cephalosporins and Penicillins, Chemistry and Biology. Flynn E. ed. Academic Press, New York, 1972. 27-73.
3. Таранцева К.Р., Яхкин М.И. Анализ технологий синтеза 7-АЦК и выбор оптимальной безопасной промышленной технологии. – М.: Научный мир, 2009. – 210 с.