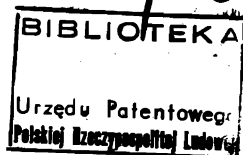




C07c 103/26



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 42920

Kl. 12 o. 16

VEB Leuna-Werke „Walter Ulbricht”

Leuna, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób otrzymywania czystego amidu kwasu salicylowego z roztworów powstających z reakcji estru kwasu salicylowego z wodnym roztworem amoniaku w nadmiarze

Patent trwa od dnia 18 lutego 1958 r.

Pierwszeństwo: 16 listopada 1957 r. (Niemiecka Republika Demokratyczna).

Znane jest wytwarzanie amidu kwasu salicylowego przez przereagowanie estru kwasu salicylowego, korzystnie estru metylowego kwasu salicylowego z wodnym roztworem amoniaku. Reakcję prowadzi się stosując duży nadmiar amoniaku, w celu osiągnięcia całkowitego przereagowania w stosunkowo krótkim czasie i utrzymania w roztworze do końca reakcji wytworzonego amidu kwasu salicylowego. Z roztworu reakcyjnego, składającego się z amidu kwasu salicylowego, alkoholu i amoniaku w wodzie wydziela się przez odpędzenie względnie usunięcie nadmiaru amoniaku oraz utworzonego alkoholu trudno rozpuszczalny w wodzie amid kwasu salicylowego. Można to osiągnąć np. przez odparowanie mieszaniny reakcyjnej. Otrzymuje się produkt mniej lub więcej zabarwiony, który w większości zastosowań wymaga oczyszczenia.

Próbowano wyodrębnić amid kwasu salicy-

lowego z amoniakalnego roztworu reakcyjnego, doprowadzając wartość pH roztworu przez dodanie kwasu do takiego poziomu, żeby wytrącił się amid z kwasu salicylowego, a produkty uboczne pozostały w roztworze. Jednakże i w tym przypadku otrzymuje się produkt zanieczyszczony solami amonowymi powstającymi przy zobojętnieniu roztworu reakcyjnego. Otrzymany produkt nie nadaje się do celów farmaceutycznych bez poddania dodatkowemu oczyszczaniu.

Odpędzanie z mieszaniny reakcyjnej amoniaku i alkoholu przeprowadzano również przez wdmuchiwanie pary wodnej albo innych gazów nośnych do uprzednio ogrzanego roztworu. Jednakże amid kwasu salicylowego uwolniony w ten sposób od nadmiaru amoniaku należy również przekrystalizować w wodzie albo w innym rozpuszczalniku, jeżeli ma być stosowany do celów farmaceutycznych. Poza tym

wprowadzenie pary wodnej prowadzi do rozcieńczenia roztworu reakcyjnego i do zmniejszenia wydajności amidu kwasu salicylowego.

Obecnie stwierdzono, że unika się wymienionych niedogodności i otrzymuje bezpośrednio z roztworu reakcyjnego amid kwasu salicylowego wystarczająco czysty nawet do celów farmaceutycznych, jeżeli odpędzanie nadmiaru amoniaku i wytworzonego alkoholu, np. metanolu, przeprowadza się w taki sposób, że roztwór nie podgrzany wstępnie przeprowadza się w temperaturze 90 – 100°C przez odparowywacz powierzchniowy.

Odparowywacz, korzystnie w postaci gruszki, umieszcza się w odpowiedni sposób w kolumnie odpędowej, składającej się zwłaszcza z zamkniętego, cylindrycznego pustego zbiornika, posiadającej na głowicy urządzenie rozdzielcze, z którego roztwór ścieka w równomiernie cienkiej warstwie na powierzchnię odparowywacza.

Amoniak i alkohol odpędzone z roztworu reakcyjnego przy zetknięciu się z powierzchnią odparowywacza opuszczają kolumnę odpędową w stanie pary przez głowicę, a roztwór amidu uwolniony od nich odprowadza się dołem kolumny. Przez chłodzenie przy mieszaniu albo w inny sposób normalnie przyjęty otrzymuje się z tego ostatniego amid kwasu salicylowego o najwyższej czystości.

W sposobie według wynalazku roztwór reakcyjny mimo bardzo krótkiego czasu przebywania na powierzchni odparowywacza wystarcza doprowadzić tylko do temperatury 92 – 95°C, ażeby nadmiar amoniaku i wytworzony alkohol praktycznie całkowicie odpędzić. Ta szczególnie korzystna obróbka roztworu przy wyeliminowaniu większych ilości kondensatu pary wodnej daje amid kwasu salicylowego, wyróżniający się znacznie wyższym stopniem czystości od osiąganego przy przekrystalizowaniu

z wody. Przez zastosowanie odpowiednich wymiarów przestrzeni gazowej otaczającej odparowywacz powierzchniowy uwalniający się amoniak, który w znany sposób zawraca się do obiegu kołowego, przechodzi do urządzenia absorbcyjnego i bez trudności uzyskuje się niezmiennie się stężenie amoniaku, wynoszące 25 – 26% objętościowo, dzięki czemu powstają szczególnie korzystne warunki dla nowej reakcji amoniaku z estrem kwasu salicylowego.

Odparowywacz i kolumnę odpędową korzystnie wykonuje się z materiału – VA, ponieważ jak wykazuje praktyka, produkt wskutek krótkiego okresu przebywania roztworu w aparaturze nie zabarwia się wcale.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania czystego amidu kwasu salicylowego z roztworów powstających z reakcji estru kwasu salicylowego z wodnym roztworem amoniaku w nadmiarze, znamienny tym, że w celu usunięcia nadmiaru amoniaku oraz wytworzonego alkoholu, roztwór reakcyjny nie poddany uprzedniemu ogrzaniu przepuszcza się w temperaturach między 90 – 100°C przez odparowywacz powierzchniowy, a amid kwasu salicylowego wydziela się z roztworu uwolnionego od amoniaku i alkoholu przez chłodzenie przy mieszaniu albo w inny zwykły sposób.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że w strefie odparowywania utrzymuje się temperaturę w granicach 92 – 95°C.

VEB Leuna-Werke
„Walter Ulbricht”

Zastępca: mgr. Józef Kamiński,
rzecznik patentowy

