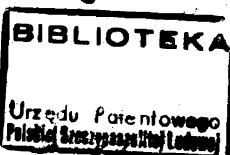


Opublikowano dnia 5 kwietnia 1961 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 44245

Kl. 12o, 5/04

VEB Farbenfabrik Wolfen*)

Wolfen, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób oczyszczania estru dwumetylowego kwasu β, β, β -trójchloro- α -hydroksyetylofosfonowego

Patent trwa od dnia 29 lipca 1959 r.

Pierwszeństwo: 17 grudnia 1958 r. (Niemiecka Republika Demokratyczna).

Otrzymywanie estru dwumetylowego kwasu β, β, β -trójchloro- α -hydroksyetylofosfonowego jest znane. Odbywa się ono przez działanie dwumetylofosforynu na chloral albo działaniem trójchlorku fosforu i metanolu na chloral. Do zwalczania szkodników można stosować ester w stanie nieoczyszczonym. Przy stosowaniu wymienionych estrów kwasu fosfonowego do celów leczniczych, konieczne jest specjalne oczyszczanie. Dotychczas znana była krystalizacja z czterochlorku węgla, jako niewodnego rozpuszczalnika.

Stwierdzono, że ester dwumetylowy kwasu β, β, β -trójchloro- α -hydroksyetylofosfonowego otrzymuje się w stanie czystym odpowiednim do celów leczniczych, jeśli produkt surowy przekryształizowuje się z wody, do której dodano

ewentualnie jednowartościowe, albo wielowartościowe rozpuszczalne w wodzie alkohole, albo powierzchniowo-czynne środki, np. sole potasowe sulfokwasów parafinowych o długich łańcuchach. Jako alkohole wchodzi w rachubę np. metanol, etanol, propanol, glikol, poliglikol, heksantriol. Wiadomo wprawdzie, iż wymieniony ester wykazuje pewną rozpuszczalność w wodzie, jednakowoż skłonność do rozkładu w ogrzanej wodzie była przyczyną, że nie stosowano krystalizacji z medium wodnego. Oczyszczony znany sposób środek posiada inne właściwości odnośnie rozpuszczalności niż środek oczyszczony sposobem według wynalazku. Jest on całkowicie pozbawiony organicznych rozpuszczalników i posiada wymaganą dla środków leczniczych czystość. Do oczyszczania sposobem według wynalazku odpowiedni jest zwłaszcza ester, który otrzymuje się przez równoczesne działanie trójchlorku fosforu i metanolu na chloral.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są Lothar Zölch i dr Wolfgang Kipping.

Przykład I. 1500 g technicznego estru dwumetylowego kwasu β, β, β -trójchloro- α -hydroksyetylofosfonowego (temperatura topnienia 50 — 60°C) rozpuszcza się mieszając i lekko ogrzewając w 1000 ml wody i roztwór ogrzany do temperatury około 40° ochładza się stopniowo do temperatury 0 — 5°C stale mieszając. Ester krystalizuje po kilku minutach z wodnego roztworu w postaci bezbarwnych igieł. Odsącza się na nuczyci i oczyszczony suszy na powietrzu. Otrzymuje się 980 g estru dwumetylowego kwasu β, β, β -trójchloro- α -hydroksyetylofosfonowego, o temperaturze topnienia 74 — 76°C.

Przykład II. 1300 g technicznego estru dwumetylowego kwasu β, β, β -trójchloro- α -hydroksyetylofosfonowego (temperatura topnienia 50 — 60°C) ogrzewa się do temperatury 60°C i rozpuszcza roztopioną masę w 1 litrze wody. W celu usunięcia ewentualnego brązowego zabarwienia klarownego roztworu dodaje się około 20 g sproszkowanego węgla aktywnego i sączy po 20 minutach. Otrzymany bezbarwny roztwór ochładza się do temperatury 10 — 15°C, dodaje kilka kryształów już oczyszczonego estru w celu zaszczepienia i sączy po godzinnym mieszaniu, na nuczyci. Ług macierzysty ochładza się do temperatury 0 — 5°C, a wykrystalizowany ester odsącza jak wyżej. Po wysuszeniu na powietrzu albo w próżni otrzymuje się łącznie 900 g estru dwumetylowego kwasu β, β, β -trójchloro- α -hydroksyetylofosfonowego, o temperaturze topnienia 73 — 77°C.

Przykład III. 1400 g technicznego estru dwumetylowego kwasu β, β, β -trójchloro- α -hydroksyetylofosfonowego (temperatura topnienia 50 — 60°C) ogrzewa się do temperatury 60°C, rozpuszcza stopioną masę w 1 litrze wody i dodaje mieszając 10 g soli sodowej sulfochloru parafinowego o długim łańcuchu (alkilodisulfonian sodu). Po przeróbce według przykładu I otrzymuje się 950 g estru dwumetylowego kwasu β, β, β -trójchloro- α -hydroksyetylofosfonowego, o temperaturze topnienia 75 — 77°C.

Przykład IV. Postępuje się jak w przykładzie III i dodaje zamiast soli sodowej sulfochloru parafinowego o długim łańcuchu, 30 g alkoholu metylowego do przygotowanego roztworu. Otrzymuje się 130 g estru dwumetylowego kwasu β, β, β -trójchloro- α -hydroksyetylofosfonowego, o temperaturze topnienia 74 — 76°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania estru dwumetylowego kwasu β, β, β -trójchloro- α -hydroksyetylofosfonowego, znamienny tym, że ester przekrystalizowuje się z wody, do której dodaje się jednowartościowe albo wielowartościowe alkohole rozpuszczalne w wodzie albo środki powierzchniowo-czynne.

VEB Farbenfabrik Wolfen

Zastępca: dr Andrzej Au
rzecznik patentowy