



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 28.XI.1966 (P 117 632)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 10.III.1969

Kl. 12 o, 11

MKP C 07 c 59/38

UKD

Współtwórcy wynalazku: Janina Kolesińska, Abram Ostaszyński, Jan Skrzynecki, Tadeusz Urbański

Właściciel patentu: Chemiczno-Farmaceutyczna Spółdzielnia Pracy „Zdrowie”, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania laktobionianu żelazawego

1

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania laktobionianu żelazawego z kwasu laktobionowego.

Znana z szwajcarskiego opisu patentowego nr 163 398 metoda otrzymywania laktobionianu żelazawego polega na działaniu siarczanem żelazawym na laktobionian barowy, oddzieleniu siarczanu barowego i wyodrębnieniu laktobionianu żelazawego metodą liofilizacji. W metodzie tej produktem wyjściowym jest stały laktobionian baru. Otrzymywanie laktobionianu baru jest uciążliwe, ze względu na trudną — jak wiadomo — krystalizację pojedynczych obojętnych soli kwasu laktobionowego. Wyodrębnienie laktobionianu żelazawego na drodze liofilizacji trwa 12—24 godzin i nie gwarantuje uzyskania produktu o wysokiej czystości, ponieważ zanieczyszczenia nie zostają usunięte podczas liofilizacji.

Wynalazek eliminuje te niedogodności. Według wynalazku, stosuje się jako produkt wyjściowy wodny roztwór kwasu laktobionowego o wysokiej czystości otrzymanego sposobem podanym w opisie patentowym nr 51 210 przez reakcję bromolaktobionianu wapnia z tlenkiem wapniowym i przeprowadzenie utworzonego zasadowego laktobionianu wapnia w wolny kwas.

Do roztworu wodnego kwasu laktobionowego dodaje się stałego wodorotlenku baru, a następnie siarczanu żelazawego, przy czym na drodze podwójnej wymiany otrzymuje się w roztworze lak-

2

tobionian żelazawy, oraz w postaci osadu siarczan baru.

Po oddzieleniu siarczanu baru czysty laktobionian żelazawy wytrąca się z roztworu za pomocą rozpuszczalników organicznych, takich jak metanol, etanol, aceton, dioksan lub eter etylowy w temperaturze 0—10°C, przy czym na 1 część objętościową laktobionianu żelazawego stosuje się 3—10 części objętościowe rozpuszczalnika organicznego.

Wytrącony produkt oddziela się i suszy w znany sposób. Sposób według wynalazku jest prosty i szybki w wykonaniu. Otrzymany produkt odpowiada wymaganiom stawianym lekom i nie zawiera baru ani siarczanów.

Przykład I. Do 50 g 20% roztworu kwasu laktobionowego otrzymanego w znany sposób z bromolaktobionianu wapnia dodaje się 4,4 g drobno sproszkowanego wodorotlenku barowego, po czym wkrapla się 3,8 g siarczanu żelazawego rozpuszczonego w 20 ml wody.

Po przeprowadzeniu reakcji podwójnej wymiany i odwirowaniu osadu roztwór laktobionianu żelazawego oziębia się do temperatury około 3°C i w czasie mieszania wkrapla do 500 ml również oziębionego metanolu.

Wytrącony osad laktobionianu żelazawego odsącza się, przemywa się 2-krotnie etanolem, a następnie 2-krotnie 30 ml eteru etylowego.

Osad suszy się w temperaturze pokojowej, a następnie w temperaturze 70°C do stałej wagi. Otrzymuje się 9 g laktobionianu żelazawego. Wydajność wynosi 85% w stosunku do teorii.

Przykład II. Do 180 g 20% roztworu kwasu laktobionowego otrzymanego w znany sposób z bromolaktobionianu wapnia dodaje się 15,75 g sproszkowanego wodorotlenku barowego i następnie 13,9 g siarczanu żelazawego rozpuszczonego w 50 ml wody. Wytrącony siarczan baru oddziela się. Roztwór laktobionianu żelazawego oziębia się do temperatury 5°C i mieszając wkrapla do 1000 ml również oziębionego bezwodnego etanolu. Wytrącony osad laktobionianu żelazawego odsącza się, przemywa się dwukrotnie bezwodnym etanolem, a następnie dwukrotnie eterem etylowym po 50 ml.

Osad suszy się w próżni w temperaturze pokojowej, a następnie w temperaturze 70°C do stałej wagi. Otrzymuje się 35 g laktobionianu żelazawego. Wydajność reakcji 90%. Uzyskuje się produkt

drobnokrystaliczny o barwie żółto-zielonej, łatwo rozpuszczalny w wodzie, o zawartości Fe 7,4%, nie zawierający baru i siarczanów.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania laktobionianu żelazawego przez działanie na laktobionian baru siarczanem żelazawym, **znamienny tym**, że do roztworu wodnego kwasu laktobionowego, otrzymanego z bromolaktobionianu wapnia w znany sposób dodaje się wodorotlenku baru, a następnie siarczanu żelazawego, odsącza wytrącony siarczan baru, a przesącz zadaje się w temperaturze 0—10°C rozpuszczalnikiem organicznym takim jak metanol, etanol, aceton, dioksan lub eter etylowy w ilości 3—10 części objętościowych na 1 część objętościową roztworu laktobionianu żelazawego i wydzielony laktobionian żelazawy oddziela się i suszy w znany sposób.