



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

267 211

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 65/40

(21) PV 4413-87.C

(22) Přihlášeno 16 06 87

(40) Zveřejněno 12 07 89

(45) Vydáno 1.10.1990

(75)
Autor vynálezu

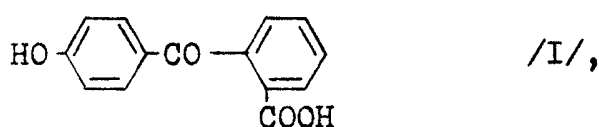
FIŠNEROVÁ LUDMILA ing. CSc.,
BRŮNOVÁ BOHUMILA ing. CSc.,
GAJEWSKI KAREL RNDr.,
ŠIMEK STANISLAV ing., PRAHA

Způsob výroby kyseliny 2-/4-hydroxybenzoyl/benzoové

(54)

(57) Řešení se týká způsobu výroby kyseliny 2-/4-hydroxybenzoyl/benzoové, která je meziproduktem syntézy známého spasmolytika pitofenonhydrochloridu. Kyselina se dosud připravovala tak, že se produkt mezistadia syntézy, oxim fenolftaleinu, z reakční směsi izoloval a v dalším stupni se prováděl jeho rozklad na kyseliny. Při použití způsobu podle vynálezu se příprava oximu fenolftaleinu i jeho rozklad na kyseliny provádí v jednom stupni a vzniklá kyselina se bez čištění použije do dalšího stupně.

Vynález se týká způsobu výroby kyseliny 2-/4-hydroxybenzoyl/benzoové vzorce I



která je meziproduktem syntézy známého spasmolytika pitofenonhydrochloridu.

Podle dostupné literatury /M.H.Hubacher, J.Amer.Chem.Soc. 68,718,1946/ se látka vzorce I připravuje tak, že se z fenolftaleinu a hydroxylaminu připraví oxim, který se izoluje a v dalším stupni se rozkládá na žádanou kyselinu. Při tomto způsobu provedení, zejména pokud by se využíval v provozním měřítku, by velmi jemná krystalická struktura oximu fenolftaleinu představovala při jeho izolaci filtrací závažnou překážku.

Uvedenou nevýhodu se podařilo odstranit vypracováním způsobu výroby kyseliny 2-/4-hydroxybenzoyl/benzoové vzorce I, připravované dosud reakcí fenolftaleinu s hydroxylaminem ve vodně alkalickém prostředí za vzniku oximu, který se v prostředí 2% kyseliny sírové vyloučí v krystalické formě, izoluje a v dalším stupni rozkládá 21% kyselinou sírovou při teplotě 90 až 100 °C, podle vynálezu, jehož podstatou je příprava oximu fenolftaleinu i jeho rozklad na kyselinu vzorce I v jednom reakčním stupni přidavkem 20 až 30% kyseliny sírové v hmotnostním poměru 6 až 6,5 na výchozí fenolftalein při teplotě 80 až 100 °C po dobu minim. 1 h.

Při provedení způsobu podle vynálezu se účelně postupuje tak, že se k oximu fenolftaleinu, připravenému z fenolftaleinu a hydroxylaminhydrochloridu v prostředí vodného hydroxidu sodného při

teplotě 60 až 80 °C, přidá při 80 až 85 °C zředěná kyselina sírová /asi 24%/ a při teplotě 95 až 100 °C proběhne rozklad oximu na kyselinu. Po ochlazení reakční směsi se vyloučený krystalický produkt odsaje, promyje vodou a po vysušení se v tomto stavu použije do dalšího stupně. Kyselina vzorce I se získá ve výťažku 87 až 94 % teorie a vykazuje obsah 99 až 100 %.

Ve srovnání s dosavadním postupem přípravy kyseliny vzorce I je způsob podle vynálezu jednodušší a s ohledem na využití v provozním měřítku technologicky schůdnější, protože se podařilo odstranit obtížnou a zdoluhavou filtraci oximu fenolftaleinu, která představovala kritický stupeň celé syntézy kyseliny vzorce I.

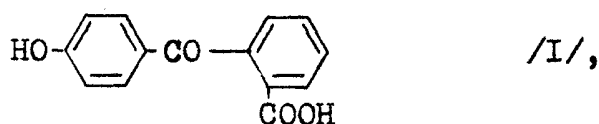
Bližší podrobnosti způsobu podle vynálezu vyplývají z následujícího příkladu provedení, který tento způsob pouze ilustruje, ale nijak neomezuje.

K roztoku 576 g hydroxidu sodného v 5760 ml vody se přidá 1148,5 g fenolftaleinu, směs se zahřeje na 65 °C, při této teplotě se udržuje 1,5 h a přidá se roztok 273,4 g hydroxylaminhydrochloridu v 1080 ml vody. Teplota samovolně vystoupí z původních 65 °C na 77 až 79 °C a v tomto rozmezí se udržuje 30 min. K reakční směsi se potom přidá během 5 až 10 min zředěná kyselina sírová /948 ml konc. kyseliny a 5400 ml vody/, směs se vyhřeje asi během 15 min na 97 až 98 °C a na této teplotě se udržuje další 1 h. Rezultuje čirý nebo slabě zakalený roztok, z něhož se začíná už během zmíněného intervalu 1 h vylučovat kyselina v krystalické formě. Krystalizace se ukončí ochlazením směsi na 15 až 20 °C. Reakční produkt se odsaje a promyje vodou do neutrální reakce. Získá se 820 g, t.j. 94 % teorie, kyseliny 2-/4-hydroxybenzoyl/benzoové ve formě šedo-zeleně zbarvených krystalů. Takto připravená kyselina vykazuje obsah 99 až 100 % a použije se bez čistění do dalšího stupně.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

267 211

Způsob výroby kyseliny 2-/4-hydroxybenzoyl/benzoové vzorce I



reakcí fenolftaleinu s hydroxylaminem ve vodně alkalickém prostředí za vzniku oximu, který se v prostředí 2% kyseliny sírové vyloučí v krystalické formě, izoluje a v dalším stupni rozkládá 21% kyselinou sírovou při teplotě 90 až 100 °C, vyznačující se tím, že se příprava oximu fenolftaleinu i jeho rozklad na kyselinu vzorce I provádí v jednom reakčním stupni přidavkem 20 až 30% kyseliny sírové v hmotnostním poměru 6 až 6,5 na výchozí fenolftalein při teplotě 80 až 100 °C po dobu minimálně 1 h.