

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 130 761

Patent dodatkowy
do patentu —

Zgłoszono: 80 07 18 /P. 225 791/

Pierwszeństwo: —

Zgłoszenie ogłoszono: 82 02 01

Opis patentowy opublikowano: 1985 12 30

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
Polski

Int. Cl.³ C07D 307/62

Twórca wynalazku: Teresa Knyziak

Uprawniony z patentu: Krakowskie Zakłady Farmaceutyczne "Pofa",
Kraków /Polska/

SPOSÓB WYTWARZANIA KWASU 1-ASKORBINOWEGO Z JEGO SOLI

Przedmiotem wynalazku jest wytwarzanie kwasu 1-askorbinowego do celów farmaceutycznych z askorbinianu sodowego.

Znane jest otrzymywanie kwasu 1-askorbinowego z askorbinianu sodowego poprzez wykwaszenie kwasami mineralnymi /opisy patentowe: szwajcarski nr 412 861, polski nr 22 321, St.Zjedn.Amer. nr 2 179 978/.

Proces wykwaszenia wiąże się z koniecznością prowadzenia szeregu operacji jednostkowych jak: zakwaszenie w podwyższonej temperaturze w środowisku rozpuszczalnika organicznego, odwirowanie soli sodowej, rozdzielenie i regeneracja rozpuszczalnika, oczyszczanie produktu finalnego na skutek uprzedniego wprowadzenia do roztworu odczynników chemicznych zanieczyszczających produkt końcowy i powodujących także niekorzystne procesy uboczne. Oczyszczanie to jest prowadzone przez rekrytalizację według opisu patentowego CSRS nr 124 764, lub ekstrakcję do innych rozpuszczalników według opisu patentowego szwajcarskiego nr 412 861, St.Zjedn.Amer. nr 2 179 978.

Znany jest także z opisu patentowego japońskiego nr 50-111 062 sposób otrzymywania kwasu 1-askorbinowego na drodze odsalania 6 % roztworu askorbinianu sodowego przez elektrodializę ciągłą w czasie 100 minut z wydajnością prądową 97 %. Odsoleniu ulega 75 % askorbinianu sodu w roztworze, który następnie przepuszcza się przez kolumnę zawierającą kationit /Amberlit 15/ i otrzymuje się 98 % kwas askorbinowy. Sposób ten wymaga operowania bardzo rozcieńczonymi roztworami, dodatkowej aparatury i znacznego zużycia energii.

Celem wynalazku jest uzyskanie czystego kwasu 1-askorbinowego na możliwie prostej drodze. Sposobem według wynalazku zastępuje się operacje wykwaszenia i oczyszczenia, jednym procesem wymiany jonowej, przepuszczając 35-40 % wodny roztwór askorbinianu sodu przez mocno kwasowy kationit z grupy żelowych - mikroporowatych takich jak Amberlit IR 120,

Zerolit 225, Wofatyt KPS lub makroporowatych takich jak Amberlit 200, Wofatyt KS 10 i otrzymuje 15 % - 25 % roztwór kwasu 1-askorbinowego, wolny od jonów metali. Wydajność procesu wymiany jonowej wynosi średnio 99,55 %. Po podgęszczeniu roztworu, krystalizuje czysty kwas 1-askorbinowy. Dla uzyskania kwasu 1-askorbinowego chromatograficznie czystego o wysokiej stabilności można roztwór po kationicie przepuścić jeszcze przez elabo zasadowy anionit i węgiel aktywny.

P r z y k ł a d I. Sporządza się 40 % roztwór wodny askorbinianu sodu 90-92 % i około 0,5 % roztwór wodny Na_2SO_4 . Do rozpuszczenia askorbinianu sodu można wykorzystać zamiast wody destylowanej końcową frakcję eluatu z kolumn jonitowych. Roztwór przepuszcza się w temperaturze pokojowej przez dwie kolumny jonitowe z szybkością 70 ml/min.

Wypełnienie: kolumna I - 140 g suchego /260 ml po spęcznieniu/ kationitu o nazwie handlowej Wofatyt KPS w formie H^+ ; kolumna II - 1,7 g suchego /5 ml po spęcznieniu/ anionitu o nazwie handlowej Duolit A30B w formie OH^- .

Zbiera się dwie lub trzy frakcje kwasu 1-askorbinowego; frakcja 1 o stężeniu kwasu 1-askorbinowego 26 % w ilości 260 ml; frakcja 2 o stężeniu kwasu 1-askorbinowego 3,6 % w ilości 360 ml; frakcja 3 o stężeniu kwasu 1-askorbinowego 0,32 % w ilości 150 ml.

Wydajność procesu wymiany jonowej w roztworze wodnym 99,5-100 %. Frakcję 1 i 2 sęczy się przez węgiel aktywny, zagęszcza w temperaturze 40-50°C w próżni i wydziela kwas 1-askorbinowy w dwu lub trzech rzutach R_1, R_2 .

Pierwszy rzut R_1 w ilości 65,4 g o zawartości czystego kwasu 1-askorbinowego 99,9 % i temperaturze topnienia 191,5°C co stanowi 80,7 % kwasu 1-askorbinowego zawartego w eluacie.

Drugi rzut R_2 w ilości 7,2 g o zawartości czystego kwasu 1-askorbinowego 99,3 % co stanowi 8,8 % kwasu 1-askorbinowego zawartego w eluacie.

P r z y k ł a d II. 50 g askorbinianu sodu o zawartości 90-92 % rozpuszcza się w 70 ml wody destylowanej. Otrzymany roztwór przepuszcza się przez baterię trzech kolumn.

Wypełnienie: I kolumna - 65 g suchego Amberlitu 200-164 ml kationitu po spęcznieniu; II kolumna - 2 g suchego Duolitu A30B - 6 ml anionitu po spęcznieniu; III kolumna - 2 g węgla aktywnego granulowanego. Otrzymuje się 230 ml frakcji 1 kwasu 1-askorbinowego o stężeniu 15,86 %, 153 ml frakcji 2 o stężeniu 2,43 %.

Wydajność procesu wymiany jonowej w roztworze wynosi 99,5 %. Dalej postępuje się jak w przykładzie I.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób wytwarzania kwasu askorbinowego z askorbinianu sodu, z n a m i e n n y t y m, że 30-40 % wodny roztwór askorbinianu sodu przepuszcza się przez mocno kwasowy kationit z grupy żelowych - mikroporowatych takich jak Amberlit IR 120, Zerolit 225, Wofatyt KPS lub makroporowatych takich jak Amberlit 200, Wofatyt KS 10 i otrzymuje 15-25 % roztwór kwasu 1-askorbinowego, wolny od jonów metali, z którego w znany sposób wydziela się krystaliczny kwas 1-askorbinowy.