

2

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

51 660

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 26.VIII.1964 (P 105 572)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 24. VIII. 1966

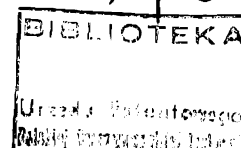
Kl. 12 q, 19

MKP

09 b
C 07 c

11/08

UKD



Twórca wynalazku: dr Witold Wieniawski

Właściciel patentu: Instytut Leków, Warszawa (Polska)

Sposób oczyszczania fenoloftaleiny

1

Surowa fenoloftaleina otrzymywana zwykle w procesie kondensacji fenolu z bezwodnikiem kwasu ftalowego zawiera liczne zanieczyszczenia będące produktami reakcji ubocznych i wtórnych jak np. izofenoloftaleinę, fluoran, kwas 2-/4-hydroksybenzoilo/-benzoesowy, a także substancje żywiczne o nieustalonej bliżej budowie. Zanieczyszczenia te, które nadają produktowi surowemu barwę żółtawą, a także obniżają jego temperaturę topnienia, muszą być usunięte dla uzyskania czystej fenoloftaleiny nadającej się, między innymi, do użytku leczniczego. Usuwanie zanieczyszczeń z fenoloftaleiny jest kłopotliwe, bowiem ich właściwości chemiczne są zbliżone do właściwości chemicznych samej fenoloftaleiny.

Znane są różne sposoby oczyszczania surowej fenoloftaleiny.

Na przykład jeden z nich polega na rozpuszczeniu surowej fenoloftaleiny w roztworze wodnym ługu, oddzieleniu części nierozpuszczalnych i dodaniu kwasu do klarownego przesączu, co powoduje wytrącenie produktu częściowo oczyszczonego.

Inny sposób oczyszczania polega na poddaniu surowej fenoloftaleiny krystalizacji frakcjonowanej z mieszaniny alkoholu etylowego i wody bądź też z alkoholu metylowego, ewentualnie przy użyciu węgla aktywowanego.

Poza tym w amerykańskim opisie patentowym nr. 1,711,048 opisane jest oczyszczanie surowej fenoloftaleiny z użyciem alkoholu butylowego bądź

2

alkoholu amyłowego dla krystalizacji surowej fenoloftaleiny.

Wymienione sposoby oczyszczania fenoloftaleiny nie dają jednak wyników zadowalających, jednorazowe ich zastosowanie usuwa tylko część zanieczyszczeń, tak, że dla otrzymania bezbarwnej fenoloftaleiny o wysokiej czystości oczyszczanie musi być powtarzane kilkakrotnie, co powoduje znaczne straty zarówno produktu jak i rozpuszczalników.

Stwierdzono, że można osiągnąć w sposób znacznie prostszy lepsze efekty oczyszczania, jeżeli oczyszczanie fenoloftaleiny prowadzi się poprzez otrzymanie połączenia kompleksowego fenoloftaleiny z czterohydrofuranem i następny rozkład tego krystalicznego kompleksu na czystą fenoloftaleinę i czterohydrofuran. Połączenie kompleksowe fenoloftaleiny z czterohydrofuranem tworzy się w stosunku 1 mol fenoloftaleiny na 1 mol czterohydrofuranu.

Sposób według wynalazku polega na tym, że fenoloftaleinę rozpuszcza się w ogrzanym czterohydrofuranie i przez powolne ochłodzenie roztworu powoduje wykrystalizowanie połączenia kompleksowego fenoloftaleiny z czterohydrofuranem. Kompleksowe połączenie fenoloftaleiny z czterohydrofuranem jest dość słabo rozpuszczalne w zimnym czterohydrofuranie, podczas gdy zanieczyszczenia zawarte w surowej fenoloftaleinie są w czterohydrofuranie bardzo dobrze rozpuszczalne. Otrzyma-

ne czyste kryształy połączenia kompleksowego fenoloftaleiny z czterohydrofuranem oddziela się od ługu macierzystego, który poddaje się następnie zagęszczeniu dla uzyskania drugiego rzutu kryształów połączenia kompleksowego fenoloftaleiny z czterohydrofuranem. Oddzielone czyste połączenie kompleksowe fenoloftaleiny z czterohydrofuranem umieszcza się potem w naczyniu ogrzanym korzystnie do temperatury 30°—60°C wewnątrz którego obniżono ciśnienie poniżej ciśnienia atmosferycznego. W tych warunkach następuje rozkład połączenia kompleksowego na skutek odparowania czterohydrofuranu i w naczyniu pozostaje bezbarwna fenoloftaleina o wysokiej czystości.

Przykład. 150 g fenoloftaleiny surowej zmieszano z 400 ml czterohydrofuranu, mieszaninę ogrzano do wrzenia aż nastąpiło całkowite rozpuszczenie fenoloftaleiny, dodano 10 g węgla aktywnego, ogrzewano dalej do wrzenia przez 10 minut a następnie roztwór przesączono. Klarowny przesącz odstawiono do krystalizacji w temperaturze 5—10°. Po 2 dniach oddzielono 106 g bezbarwnych kryształów połączenia kompleksowego fenoloftaleiny z czterohydrofuranem i kryształy te przemyto niewielką ilością zimnego czterohydrofuranu celem usunięcia resztek ługu macierzystego. Przesącz zagęszczono i pozostawiono nadal w temperaturze 5—10°. Po dalszych 2 dniach uzyskano jeszcze 63 g połączenia kompleksowego fenoloftaleiny z czterohydrofuranem. Następnie otrzymane w ogólnej ilości 169 g połączenie kompleksowe fenoloftaleiny z czterohydrofuranem sproszkowano i umieszczono w kolbie z szeroką szyją. Kolbę zanurzono w łaźni wodnej

o temperaturze 30°, połączono z pompą próżniową i stopniowo obniżano ciśnienie wewnątrz kolby.

Nastąpił szybki rozkład połączenia kompleksowego fenoloftaleiny z czterohydrofuranem na skutek odparowywania czterohydrofuranu. Po zakończeniu ulatniania się czterohydrofuranu w kolbie pozostało 140 g bezbarwnej fenoloftaleiny o temperaturze topnienia 262—263°.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oczyszczania fenoloftaleiny **znamienny tym**, że fenoloftaleinę przeprowadza się w kryształiczne połączenie kompleksowe z czterohydrofuranem przez rozpuszczenie jej w ogrzanym czterohydrofuranie i oziębienie roztworu w celu wykrystalizowania połączenia kompleksowego, które następnie poddaje się rozkładowi w podwyższonej temperaturze, w wyniku którego odparowuje czterohydrofuran, a jako pozostałość otrzymuje się bezbarwną fenoloftaleinę.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że rozkład połączenia kompleksowego fenoloftaleiny z czterohydrofuranem prowadzi się w temperaturze korzystnie 30—60°C.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**, że rozkład połączenia kompleksowego fenoloftaleiny z czterohydrofuranem prowadzi się pod ciśnieniem niższym od atmosferycznego.