

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

67729

Patent dodatkowy
do patentu

Kl. 12q,6/02

Zgłoszono: 07.III.1968 (P 125 661)

Pierwszeństwo:

MKP C07c 101/74

Opublikowano: 16.VII.1973



Współtwórcy wynalazku: Zofia Kosiara, Donata Dąbrowska, Kazimierz Karcz

Właściciel patentu: Krakowskie Zakłady Farmaceutyczne „Polfa” Przedsiębiorstwo Państwowe, Kraków (Polska)

Sposób wytwarzania soli dwuwapniowej kwasu p-aminosalicylowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania soli dwuwapniowej kwasu p-aminosalicylowego, która jest stosowana jako lek przeciw gruźlicy.

Znany jest sposób otrzymywania soli dwuwapniowej kwasu p-aminosalicylowego (opis patentowy japoński nr 4231/55) poprzez działanie wodorotlenkiem sodu i chlorkiem wapnia na czystą sól sodową kwasu p-aminosalicylowego rozpuszczoną w wodzie. Inny znany sposób (opis patentowy japoński nr 4232/55) polega na otrzymywaniu soli wapniowej zasadowej z kwasu p-aminosalicylowego, w środowisku acetonu, na który działa wodorotlenkiem wapnia.

Wyżej wymienione sposoby są niedogodne w stosowaniu na skalę przemysłową ze względu na to, że istnieje konieczność pierwotnego uzyskania czystego kwasu p-aminosalicylowego względnie jego soli sodowej, która stanowi produkt wyjściowy, co jest bardzo uciążliwe.

Niedogodności te eliminuje sposób według wynalazku, w którym czystą sól dwuwapniową kwasu p-aminosalicylowego otrzymuje się bezpośrednio z technicznego chlorowodoru kwasu p-aminosalicylowego (schemat).

Sposobem według wynalazku, techniczny chlorowodorek kwasu p-aminosalicylowego, w postaci pasty, zawieszają w wodzie, dodaje 40% roztwór ługu sodowego w ilości odpowiadającej stosunkowi molarnemu kwasu p-aminosalicylowego do ługu sodowego jak 1:3. Następnie dodaje się hydrosulfit i węgiel aktywny, ogrzewa i sączy. Do uzyskanego przesączu dodaje się 30% roztwór ługu sodowego w temperaturze 18–35°C i 70%

2

roztwór chlorku wapnia. Otrzymany osad soli dwuwapniowej kwasu p-aminosalicylowego wydziela się w znany sposób.

Sposobem według wynalazku otrzymuje się sól dwuwapniową kwasu p-aminosalicylowego z wydajnością 92%, w stosunku do technicznego kwasu p-aminosalicylowego, o wysokiej czystości chemicznej, nadającą się wprost do wytwarzania form farmaceutycznych leku.

Przykład. 135 g technicznego chlorowodoru kwasu p-aminosalicylowego w postaci pasty, zawieszają w 300 ml wody, dodaje 190 g 40% ługu sodowego. Następnie dodaje się 3 g hydrosulfitu i 20 g węgla aktywnego, miesza przez 15 minut w temperaturze 40–50°C i sączy. Po czym proces ogrzewania z hydrosulfitem i węglem powtarza się jeszcze raz.

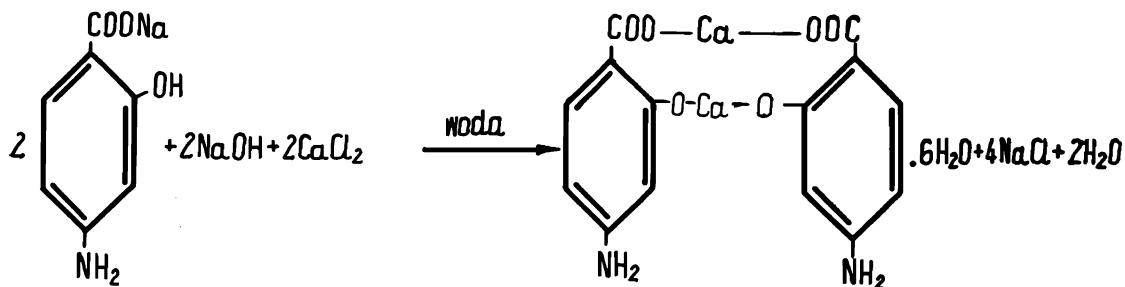
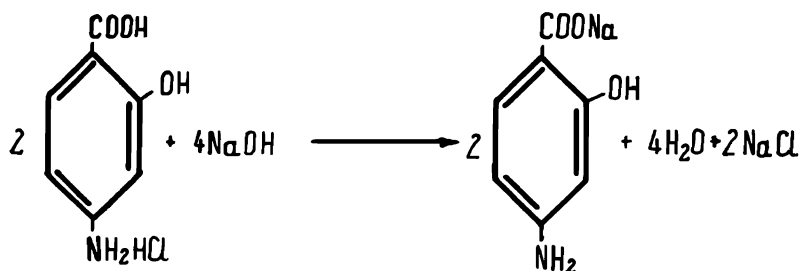
Do przesączu dodaje się 120 g 30% ługu sodowego w temperaturze 35°C, następnie wśród energicznego mieszania wprowadza się 200 g 70% roztworu chlorku wapnia. Po 5 godzinach osad odwirowuje się, przemycywa wielokrotnie wodą, a w końcu rozcieńczonym metanolem i suszy w próżni. Otrzymuje się 200 g nierozpuszczalnej w wodzie zasadowej soli dwuwapniowej kwasu p-aminosalicylowego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania soli dwuwapniowej kwasu p-aminosalicylowego na drodze reakcji soli kwasu p-aminosalicylowego z wodorotlenkiem sodu oraz chlorkiem

wapnia, znamienny tym, że jako sól kwasu p-aminosalicylowego stosuje się techniczny chlorowodorek kwasu p-aminosalicylowego w postaci pasty, który zawiesza się w wodzie, dodaje 40% ług sodowy, następnie dodaje się hydrosulfit, ogrzewa i sączy, a do otrzymanego przesączu dodaje 30% ług sodowy, w temperaturze 18—35°C, z tym, że łączna ilość dodawanego ługu

sodowego odpowiada stosunkowi molarnemu kwasu p-aminosalicylowego do ługu sodowego jak 1:3, następnie wprowadza się 70% — wagowo, roztwór chlorku wapnia, po czym mieszaninę pozostawia się, aż do wydzielenia osadu soli dwuwapniowej kwasu p-aminosalicylowego, który odsącza się, przemywa i suszy w znany sposób.



schemat