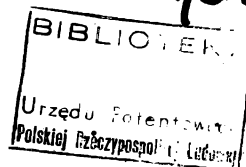


Cote 101/54



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr. 44846

Kl. 12 q, 6/02

Instytut Farmaceutyczny*)

Warszawa, Polska

Sposób oczyszczania kwasu 2,4,6-trójjodo-3-aminobenzoowego

Patent trwa od dnia 5 grudnia 1959 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania kwasu 2, 4, 6 - trójjodo - 3 - aminobenzoowego, półproduktu przy syntezie kwasu 2, 4, 6 - trójjodo - 3 - acetyloaminobenzoowego i kwasu N, N' - adypilo - dwu - (3 - amino - 2, 4, 6 - trójjodobenzoowego). Sól sodowa kwasu 2, 4, 6 - trójjodo - 3 - acetyloaminobenzoowego oraz sól N - metyloglukaminowa kwasu N, N' - adypilo - dwu - (3 - amino - 2, 4, 6 - trójjodobenzoowego) stosowane są w rentgenodiagnostyce jako środki cieniujące. Otrzymanie roztworów iniekcyjnych o wymaganej czystości uwarunkowane jest należyтым oczyszczeniem półproduktu, którym

jest kwas 2, 4, 6 - trójjodo - 3 - aminobenzoowy. Znane metody oczyszczania jak krystalizacja z alkoholu, krystalizacja z roztworu wodno-acetonowego lub krystalizacja soli sodowej tego kwasu z wody dają produkt o nie wystarczającym stopniu czystości.

Wynalazek polega na wykorzystaniu nieznanego w literaturze adduktu kwasu 3 - amino - 2, 4, 6 - trójjodobenzoowego z pirydyną do otrzymywania tego kwasu w stanie najwyższej czystości.

W tym celu kwas 2, 4, 6-trójjodo-3-aminobenzoowy rozpuszcza się w pirydynie, a otrzymany roztwór rozcieńcza się wodą, po czym zubożętnia pirydynę rozcieńczonym kwasem solnym. Następuje wówczas wytrącanie adduktu kwasu 3-amino-2, 4, 6-trójjodobenzoowego w postaci białego osadu. Osad po

*) Właściciel patentu cświadczył, iż współtwórcami wynalazku są mgr Alicja Swirska, mgr Janina Kotler-Brajtburg i doc. dr Halina Bojarska-Dahling.

odsączeniu rozkłada się przez ogrzewanie z rozcieńczonym kwasem solnym. Otrzymuje się czysty kwas 2, 4, 6-trójjodo-3-aminobenzoowy w stanie stałym.

Przykład: 140 g surowego kwasu 2, 4, 6-trójjodo-3-aminobenzoowego rozpuszczono na gorąco w 560 ml pirydyny, dodano 1000 ml wody i zobojętniono pirydynę kwasem solnym. Powstało 140 g połączenia addycyjnego; o temperaturze topnienia 225°C z rozkładem. Przez półgodzinne ogrzewanie połączenia addycyjnego w 15%-owym kwasie solnym, otrzymano 110 g kwasu 2, 4, 6-trójjodo-3-aminobenzoowego, o wysokim stopniu czystości.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania kwasu 2, 4, 6-trójjodo-3-aminobenzoowego, znamienny tym, że kwas 2, 4, 6-trójjodo-3-aminobenzoowy przeprowadza się w połączenie addycyjne z pirydyną, a następnie połączenie to rozkłada się kwasem mineralnym i oddziela czysty produkt.

Instytut Farmaceutyczny
Zastępca: mgr inż. Witold Hennel
rzecznik patentowy