

1

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

49387

Patent dodatko-
wy do patentu: _____

Zgłoszono: 25. XI. 1961 (P 100 087)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 5. IV. 1965

Kl. ~~12p, 8/10~~

MKP C 07 d 49/16 MS

UKD BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Współtwórcy wynalazku: mgr Jan Mikołajewski, mgr Wiktor Pietrzak

Właściciel patentu: Pabianickie Zakłady Farmaceutyczne „Polfa” Przed-
siębiorstwo Państwowe, Pabianice (Polska)

Sposób otrzymywania 1-fenyl-2, 3-dwumetylo-5-pirazolono 4-mety- loaminometanosulfonianu sodowego z ługów pokrystalizacyjnych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania 1-fenyl-2, 3-dwumetylo-5-pirazolono-4-metyloaminometanosulfonianu sodowego, znanego pod nazwą nowalginy, z ługów pokrystalizacyjnych, pozostających po wykrystalizowaniu części nowalginy przy oczyszczaniu technicznej nowalginy przez krystalizację z alkoholu etylowego.

Techniczną nowalginę oczyszcza się przez krystalizację z alkoholu etylowego. Ługi po pierwszej krystalizacji zawierają znaczną ilość nowalginy, toteż poddaje się je zagęszczeniu i ponownej krystalizacji. W celu możliwie najlepszego odzyskania nowalginy z ługów należałoby proces ten powtarzać kilkakrotnie. Jednakże już po dwóch, a najwyżej trzech takich operacjach, w ługach gromadzi się tyle smolistych zanieczyszczeń, że zateżony ług przybiera postać brunatnej, mazistej pasty, z której drogą krystalizacji nie można odzyskać reszty nowalginy, co znacznie obniża wydajność całego procesu oczyszczania tego związku.

Wynalazek umożliwia odzyskiwanie czystej nowalginy z tych odpadkowych ługów pokrystalizacyjnych, nie nadających się do wykorzystania za pomocą krystalizacji.

Sposób według wynalazku polega na tym, że niekrystalizującą, mazistą pozostałość z ługów pokrystalizacyjnych, po odparowaniu alkoholu etylowego pod zmniejszonym ciśnieniem, zakwasza

2

się i ogrzewa do wrzenia w celu przeprowadzenia smolistych zanieczyszczeń w trudno rozpuszczalny osad, dający się łatwo oddzielać od roztworu. Równocześnie nowalgina ulega hydrolizie na 1-fenyl-2, 3-dwumetylo-4-metyloaminopirazolon-5, to jest metyloaminoantypirynę. Do zakwaszania można stosować kwas nieorganiczny, zwłaszcza kwas siarkowy lub kwas solny, względnie kwas organiczny, zwłaszcza kwas mrówkowy. Kwaśną mieszaninę reakcyjną chłodzi się, oddziela osad substancji smolistych, do przesączu zawierającego metyloaminoantypirynę dodaje się wody amoniakalnej do uzyskania pH około 5—6, miesza z węglem aktywnym lub innym adsorbentem i odsącza.

Przesącz zubożoną wodą amoniakalną i ekstrahuje zeń metyloaminoantypirynę nie mieszającą się z wodą rozpuszczalnikiem, zwłaszcza chlorobenzenem. Ekstrakt traktuje się wodnym roztworem formaldehydosiarczyny sodowej i miesza w temperaturze około 60°C przez kilka godzin w celu przeprowadzenia metyloaminoantypiryny ponownie w nowalginę, a następnie pozostawia w spokoju dla rozdzielania się obu warstw. Dolną warstwę wodną, zawierającą nowalginę, oddziela się od warstwy rozpuszczalnika i odparowuje pod zmniejszonym ciśnieniem. Otrzymuje się techniczną nowalginę, którą następnie oczyszcza się przez krystalizację z alkoholu etylowego.

Wynalazek umożliwia pełne wykorzystywanie odpadkowych ługów po krystalizacji nowalginy,

pozwalając na znaczne podwyższenie wydajności procesu oczyszczania tego związku.

Sposób według wynalazku jest szczegółowo wyjaśniony w poniższym przykładzie.

Przykład. 150 kg niekrystalizującej, mazistej pozostałości z ługów po krystalizacji nowalginy, z których oddestylowano pod zmniejszonym ciśnieniem alkohol etylowy, miesza się z 300 kg wody i przy ciągłym mieszaniu traktuje 75 kg stężonego kwasu siarkowego. Mieszaninę ogrzewa się i utrzymuje we wrzeniu przez 3 godziny, przy czym powinna ona stale dawać niebieskie zabarwienie papierka czerwieni kongo. Następnie mieszaninę reakcyjną chłodzi się do temperatury 20°C i oddziela substancje smoliste, gromadzące się głównie na powierzchni. Do kwaśnego roztworu, zawierającego metyloaminoantypirynę, dodaje się wody amoniakalnej do uzyskania pH = 5,5 i ogrzewa do temperatury 40°C, dodaje 6 kg węgla aktywnego i po półgodzinnym mieszaniu odsacza. Przesącz zubożoną wodą amoniakalną do wartości pH = 6,9—7,0 i ekstrahuje 80 kg chlorobenzenu w temperaturze 70°C w ciągu 2 godzin. Rozpuszczoną w chlorobenzenu metyloaminoantypirynę traktuje się w temperaturze 65°C wodnym roztworem formaldehydosiarczyny sodowej, miesza 3 godziny i pozostawia dla rozdzielania się warstw. Dolną warstwę, zawierającą nowalginę oddziela się od chlorobenzenu, odparowuje pod zmniejszonym ciśnieniem i poddaje dwukrotnej krystalizacji z alkoholu etylowego. Otrzymuje się 60 kg czystej nowalginy.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania 1-fenylo-2, 3-dwumetylo-5-pirazolono-4-metyloaminometanosulfonianu sodowego, to jest nowalginy, z ługów pokrystalizacyjnych, **znamienny tym**, że niekrystalizującą, mazistą pozostałość z ługów, pozostających po wykryształizowaniu części nowalginy przy oczyszczaniu technicznej nowalginy przez krystalizację z alkoholu etylowego, po odparowaniu alkoholu etylowego pod zmniejszonym ciśnieniem, zakwasza się kwasem mineralnym, zwłaszcza kwasem siarkowym lub kwasem solnym, względnie kwasem organicznym, zwłaszcza kwasem mrówkowym, utrzymuje się w temperaturze wrzenia przez 3—4 godziny, chłodzi i oddziela od zanieczyszczeń, po czym do przesączu, zawierającego 1-fenylo-2, 3-dwumetylo-4-metyloaminopirazolon-5 jako produkt hydrolizy nowalginy, dodaje się wody amoniakalnej do uzyskania wartości pH = 5—6 oraz nieco adsorbenta, zwłaszcza węgla aktywnego, odsacza, zubożoną przesącz wodą amoniakalną i poddaje ekstrakcji nie mieszającym się z wodą rozpuszczalnikiem organicznym, zwłaszcza chlorobenzenem, ekstrakt traktuje wodnym roztworem formaldehydosiarczyny sodowej w temperaturze około 60°C i po rozdzielaniu się warstw odparowuje dolną warstwę wodną pod zmniejszonym ciśnieniem, a otrzymany techniczny 1-fenylo-2, 3-dwumetylo-5-pirazolono-4-metyloaminometanosulfonian sodowy oczyszcza w znany sposób przez krystalizację z alkoholu etylowego.