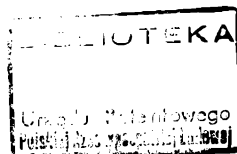


URZĄD PATENTOWY



607 d 5/12



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 25243.

Kl. 12 o, 21.

F. Hoffmann - La Roche & Co. Aktiengesellschaft
(Bazyleja, Szwajcaria).

Sposób wytwarzania kwasu l - askorbinowego.

Patent dodatkowy do patentu nr 22321.

Zgłoszono 10 czerwca 1936 r.

Udzielono 20 lipca 1937 r.

Pierwszeństwo: 18 czerwca 1935 r. (Szwajcaria).

Najdłuższy czas trwania patentu do 26 października 1950 r.

Za pomocą sposobu według patentu nr 22 321 kwas l-askorbinowy otrzymuje się przez działanie środkami alkalicznymi na kwas 2 - keto - 1 - gulonowy, ewentualnie po uprzednim zestryfikowaniu go, po czym produkt reakcji traktuje się kwasami, lub też wytwarza się go z kwasu 2 - keto - 1 - gulonowego lub jego pochodnych, łatwo dających się rozłożyć kwasami, przez ogrzewanie w środowisku kwaśnym.

Obecnie znaleziono, że szczególnie korzystnie przeprowadza się wspomnianą przemianę kwasu 2 - keto - 1 - gulonowego lub jego estrów działając nań solami po-

tasowcowymi słabych kwasów w roztworze alkoholowym lub ogrzewając w środowisku kwaśnym w roztworze alkoholowym kwas 2 - keto - 1 - gulonowy lub jego pochodne łatwo dające się rozłożyć kwasami.

W ten sposób otrzymuje się łatwo kwas l - askorbinowy w czystej postaci i z bardzo dobrą wydajnością.

Przykład I. 20,8 części wagowych estru metylowego kwasu 2 - keto - 1 - gulonowego rozpuszcza się w 300 częściach wagowych alkoholu metylowego i dodaje 8,2 części wagowych rozdrobnionego dwuwę-

gianu sodu. Masę reakcyjną ogrzewa się następnie dobrze mieszając na kąpieli wodnej stopniowo aż do punktu wrzenia alkoholu metylowego. Już w temperaturze 50°C zaczyna się wydzielanie kwasu węglowego. Po 4-o godzinym mieszaninę reakcyjną studzi się i odsysa wydzielony askorbinian sodu. Otrzymuje się 18,6 części wagowych askorbinianu sodu, to jest 94% wydajności teoretycznej. Ilości pozostałe w ługu macierzystym można odzyskać jako kwas askorbinowy po zakwaszeniu kwasem solnym i odparowaniu w próżni przez wylugowanie alkoholem absolutnym. Można też oczywiście całą mieszaninę poddawaną reakcji zakwaszyć kwasem solnym, oddestylować alkohol metylowy w próżni, a z mieszaniny soli kuchennej i kwasu askorbinowego wyciągnąć kwas odpowiednim rozpuszczalnikiem, np. alkoholem absolutnym.

Przykład II. 104 części wagowe estru metylowego kwasu 2 - keto - 1 - gulonowego i 45 części wagowych bezwodnego octanu sodu rozpuszcza się w 700 częściach wagowych metanolu. Przy ogrzewaniu na kąpieli wodnej zaczyna się wkrótce wydzielać askorbinian sodu. Po pewnym czasie wytrącanie się tego związku następuje wolniej, można jednak uzyskać wydajność wynoszącą więcej niż 90%, jeżeli oddestyluje się metanol, który porywa ze sobą nieco kwasu octowego, następnie doda się świeżego metanolu i dalej ogrzewa. Przeróbka następuje tak jak w przykładzie I.

Przykład III. 204 części wagowe estru metylowego kwasu 2 - keto - 1 - gulonowego rozpuszcza się w 4 000 części wagowych alkoholu absolutnego i wprowadza do roztworu 120 części wagowych gazowego chlorowodoru. Następnie gotuje się pod chłodnicą zwrotną. Po mniej więcej 4-o godzinym gotowaniu masę reakcyjną odparowuje się w próżni w temperaturze 40°C, a pozostałość, która wkrótce krystalizuje, suszy się dokładnie. Powstałe kryształy zwil-

ża się dobrze alkoholem butylowym, oddziela od alkoholu butylowego i przemywa estrem octowym i eterem. Pozostający jako osad kwas 1 - askorbinowy jest jeszcze słabo szaro zabarwiony. Można go otrzymać w stanie czystym przez przekrystalizowanie z metanolu.

Przykład IV. 49 części wagowych jednowodzianu kwasu dwuacetonu - 2 - keto - 1 - gulonowego gotuje się pod chłodnicą zwrotną z 650 częściami wagowymi 3%-owego roztworu chlorowodoru w alkoholu absolutnym. Po 4-ch godzinach masę reakcyjną odparowuje się w próżni do suchości i przerabia pozostałość jak w przykładzie III.

Przykład V. 212 części wagowych kwasu 2 - keto - 1 - gulonowego rozpuszcza się w 4 000 częściach wagowych świeżo przygotowanego 3%-owego roztworu chlorowodoru w alkoholu absolutnym i gotuje pod chłodnicą zwrotną. Po 5-ciu godzinach mieszaninę reakcyjną odparowuje się w próżni i następnie przerabia suchą pozostałość jak w przykładzie III.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania kwasu 1 - askorbinowego według patentu nr. 22 321, znamienny tym, że przemianę kwasu 2 - keto - 1 - gulonowego lub jego estrów przeprowadza się za pomocą soli potasowych słabych kwasów w roztworze alkoholowym.

2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tym, że kwas 2 - keto - 1 - gulonowy lub jego pochodne, łatwo rozkładające się pod działaniem kwasów, ogrzewa się w środowisku kwaśnym w roztworze alkoholowym.

F. Hoffmann - La Roche & Co.
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Inż. Cz. Raczyński,
rzecznik patentowy.