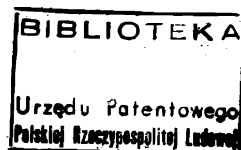




C07c 103/26



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 44480

Kl. 12 o, 16

Starogardzkie Zakłady Farmaceutyczne *)

Starogard — Gdański, Polska

Sposób wyodrębniania czystego amidu kwasu salicylowego z roztworu poreakcyjnego

Patent trwa od dnia 1 czerwca 1960 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wyodrębniania amidu kwasu salicylowego z roztworu otrzymanego przez amonolizę salicylanu metylu.

Jak wiadomo, proces amonolizy estru prowadzi się przy użyciu nadmiaru wody amoniakalnej, przy czym powstały w czasie reakcji roztwór zawiera oprócz amidu również amoniak i metanol. Z roztworu tego wyodrębnia się amid kwasu salicylowego różnymi sposobami. Jeden z nich np. polega na usunięciu z roztworu amoniaku i metanolu na drodze destylacji pod ciśnieniem normalnym. Długotrwały jednak okres przebywania amidu w wysokiej temperaturze i w alkalicznym roztworze stwarzają dogodne warunki do powstawania produktów rozpadu (utlenienia), które wpływają ujemnie na jakość

amidu. Wskutek tego uzyskuje się produkt o żółtawym zabarwieniu.

Znany jest również sposób usuwania lotnych składników z roztworu amidu kwasu salicylowego za pomocą destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem, jak o tym wzmiankuje opis patentowy nr 40217. Wadą tego sposobu jest także otrzymywanie kryształów amidu o zabarwieniu jasno-brązowym, które muszą być oczyszczane przez krystalizację.

Sposób według wynalazku usuwa wspomniane wady i umożliwia uzyskanie amidu kwasu salicylowego praktycznie czystego z wydajnością 89%.

Według wynalazku z roztworu, uzyskanego przez amonolizę estru metylowego kwasu salicylowego w znany sposób, oddestylowuje się najpierw pod zmniejszonym ciśnieniem w możliwie niskiej temperaturze np. w temperaturze 12—25°C nadmiar amoniaku w obecności niewielkiej ilości podsiarczyny sodowej jako środ-

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są inż. Zygmunt Jarczyk, inż. Zygmunt Nalewajko i inż. Alicja Langner.

ka działającego przeciwutleniająco, a następnie oddestylowuje resztę amoniaku, alkohol metylowy i nieznaczne ilości salicylanu metylu w temperaturze nie przekraczającej 50°C. Całkowite wydzielenie amidu kwasu salicylowego następuje przy wartości $\text{pH} = 8$.

Do uzyskanego roztworu zawierającego wykrystalizowany amid wprowadza się wodę destylowaną i całość sący.

Przykład. Do reaktora emaliowanego pracującego pod próżnią wprowadza się w temperaturze pokojowej 500 kg 15%-owego roztworu wody amoniakalnej, który zawiera 20% wagowych amidu kwasu salicylowego i 1 kg podsiarczynu sodowego. Nie ogrzewając roztworu oddestylowuje się część nadmiaru amoniaku przy ciśnieniu 100 mm Hg. Temperatura roztworu spada do 12°C. Po dwóch godzinach oddestylowywania amoniaku włącza się ogrzewanie parowe reaktora i odpędza dalszy nadmiar amoniaku, alkohol metylowy i nieznaczne ilości salicylanu metylu. Jeżeli roztwór wody wychodzący z pompy próżniowej odbarwi papierek fenolftaleinowy, przerywa się ogrzewanie parowe reaktora i wprowadza się do uzyskanego amidu kwa-

su salicylowego 300 kg wody destylowanej o temperaturze 15°C. Mieszaninę o temperaturze 20—23°C sący się na nuczny próżniowej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wyodrębniania czystego amidu kwasu salicylowego z roztworu poreakcyjnego, przy zastosowaniu do oddestylowania lotnych składników destylacji próżniowej, znamieny tym, że do roztworu dodaje się niewielkie ilości podsiarczynu sodowego, destylację zaś prowadzi się pod zmniejszonym ciśnieniem 100 mm Hg bez podgrzewania, w temperaturze 12—15°C, a następnie po ogrzaniu roztworu do temperatury nie przekraczającej 50°C, po czym ogrzewanie przerywa się i postępując w znany sposób dodaje się wody destylowanej, a wytrącone kryształy czystego amidu kwasu salicylowego oddziela przez sączenie na nuczny próżniowej.

Starogardzkie Zakłady
Farmaceutyczne

Zastępca: mgr inż. Antoni Sentek
rzecznik patentowy