



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 41762

Kl. 12, 34

Krakowskie Zakłady Farmaceutyczne *)

Kraków, Polska

Sposób otrzymywania soli sodowej kwasu p-aminosalicylowego z technicznego chlorowodoru kwasu p-aminosalicylowego

Patent trwa od dnia 24 lutego 1958 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania soli sodowej kwasu p-aminosalicylowego o wysokim stopniu czystości z technicznego chlorowodoru kwasu p-aminosalicylowego.

Dotychczasowe sposoby otrzymywania soli sodowej kwasu p-aminosalicylowego z technicznego chlorowodoru kwasu p-aminosalicylowego, polegające na kolejnym przeprowadzaniu chlorowodoru kwasu p-aminosalicylowego w sól amonową, następnie w kwas, a ten wreszcie w sól sodową kwasu p-aminosalicylowego, jak również metoda otrzymywania soli sodowej drogą bezpośredniego działania stężonym ługiem sodowym na chlorowodorek nie dają produktu o żądanej czystości. Wydajność ich jest niewielka, sięgająca do 50%. Ponadto, tak jakość jak i ilość końcowego produktu w obu wymienionych metodach jest uzależniona od wyjścio-

wego półproduktu, to jest od stopnia czystości chlorowodoru kwasu p-aminosalicylowego.

Sposób będący przedmiotem niniejszego wynalazku tych wad nie posiada. Polega on na tym, że techniczny chlorowodorek kwasu p-aminosalicylowego rozpuszcza się w wodzie i zadaje mlekiem wapiennym, następnie przesącza i na otrzymany przesącz soli wapniowej działa węglanem sodowym, otrzymując w roztworze sól sodową. Wytrącony węglan wapniowy odsącza się i przesącz zadaje kwasem mrówkowym, przy czym wytrąca się kwas p-aminosalicylowy, który odsącza się i działaniem ługu sodowego przeprowadza w sól sodową kwasu p-aminosalicylowego.

Otrzymana powyższym sposobem sól sodowa jest farmakopealnej czystości już w pierwszym rzucie tak, że nie zachodzi potrzeba rekryształizacji jak w metodach dotychczas stosowanych. Ponadto ługi macierzyste jak i ługi z przemycania są wykorzystywane do otrzymywania rzutu II-giego i po rekryształizacji

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są inż. mgr Wacław Anders, i inż. mgr Tadeusz Cisło.

dołączone do kryształu I-go. Wydajność farmakopealnej soli sodowej wynosi 65—67%. Sposób według wynalazku nie tylko przewyższa inne sposoby pod względem ilościowym i jakościowym otrzymywanego produktu końcowego, ale pozwala uniezależnić produkcję soli sodowej kwasu p-aminosalicylowego.

Przykład. W 200 ml wody destylowanej rozpuszcza się jeden mol (153 g) technicznego chlorowodoru kwasu p-aminosalicylowego, po czym roztwór zadaje się wodorotlenkiem wapniowym sporządzonym z 63 g CaO technicznego i 400 ml wody destylowanej. Roztwór przesącza się i otrzymany przesącz soli wapniowej ogrzewa z węglem aktywnym do temperatury 50°C, następnie odsącza węgiel, zakwasza do pH = 6,5 i wolno zadaje technicznym węglanem sodowym w ilości 115—120 g, do odczynu wyraźnego na papierek żółcieni brylantowej. Wówczas dodaje się hydrosulfitu i odsącza wytrącony węgiel wapniowy. Klarowny przesącz soli sodowej kwasu p-aminosalicylowego zakwasza się wolno, wlewając 60—70 ml technicznego kwasu mrówkowego, do pH = 3. Wytrącony kwas p-aminosalicylowy odsącza się i przemywa wodą destylowaną do zaniku jonów Cl⁻ (próba AgNO₃). Do otrzymanej pasty kwasu p-aminosalicylowego, barwy lekko kremowej, wlewa się przy energicznym mieszaniu w czasie 1—2 godzin 40%-owy ług sodowy

w ilości 0,85—87 mola, do odczynu wyraźnie alkalicznego na żółcień brylantową, po czym roztwór przesącza się przez lejek Schotta 5G4. Przesącz stanowiący roztwór soli sodowej oziębia się do temperatury 5°C w ciągu 4—5 godzin. Wypadają białe kryształy soli, które odsącza się, a następnie przemywa alkoholem i suszy. Odciek pierwotny jak i ługi z przemycania oczyszcza się węglem aktywnym, stęży i poddaje krystalizacji. Wydajność 60%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania soli sodowej kwasu p-aminosalicylowego z technicznego chlorowodoru kwasu p-aminosalicylowego, znamienny tym, że na chlorowodorek kwasu p-aminosalicylowego działa się wodorotlenkiem wapniowym, następnie otrzymaną sól wapniową kwasu p-aminosalicylowego przeprowadza się działaniem węglanu sodowego w sól sodową, z której za pomocą kwasu mrówkowego otrzymuje się kwas p-aminosalicylowy, a ten z kolei zamienia się działaniem stężonego ługu sodowego w farmakopealną sól sodową kwasu p-aminosalicylowego.

Krakowskie Zakłady
Farmaceutyczne

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych