



Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 46334

Kl. 12 q, 6/02
Kl. internat. C 07 c

Instytut Przemysłu Organicznego*)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania kwasu p-aminosalicylowego

Patent trwa od dnia 25 lutego 1961 r.

Znany sposób wytwarzania kwasu p-aminosalicylowego zwanego PAS'em, polega na karboksylacji m-aminofenolu za pomocą dwutlenku węgla w środowisku wodnym w obecności NaHCO_3 lub lepiej KHCO_3 . Proces prowadzi się w autoklawie pod ciśnieniem od kilku do kilkudziesięciu atmosfer, w temperaturze około 100°C . Wadą tego sposobu jest niska wydajność reakcji, wynosząca zaledwie 51 — 52% wydajności teoretycznej. Według znanego innego sposobu, podanego w szwajcarskich opisach patentowych nr nr 266638 i 276855, w angielskich opisach patentowych nr nr 655490 i 697965 oraz w amerykańskim opisie patentowym nr 2644011, kwas p-aminosalicylowy otrzymuje się przez ogrzewanie m-aminofenolu z bezwodnym K_2CO_3 w piecu obrotowym, typu młyna kulowego, w temperaturze $150 -$

200°C pod normalnym lub zwiększonym ciśnieniem CO_2 .

W wyniku procesu prowadzonego tym sposobem uzyskuje się produkt z wydajnością 75% — 99% teorii.

Stwierdzono, że w piecu obrotowym można otrzymywać kwas p-aminosalicylowy z wydajnością 93 — 95%, jeżeli karboksylację m-aminofenolu prowadzi się w obecności bezwodnego, starannie rozdrobnionego KHCO_3 za pomocą gazowego CO_2 , przepuszczanego w czasie procesu w sposób ciągły lub przerywany poprzez pięć obrotowy.

Użycie do procesu niehygroskopijnego KHCO_3 gwarantuje uzyskanie całkowicie bezwodnego środowiska reakcji, co bardzo korzystnie wpływa na równomierność przebiegu reakcji karboksylacji, a tym samym na wydajność całego procesu.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są Tomasz Budzisz i Irena Lenartowicz.

Przykład. Do pieca obrotowego, wyposażonego w stalowe kule nasypuje się 6 części

wagowych KHCO_3 , 2,18 części wagowych m-aminofenolu i przepuszczając przez piec CO_2 , masę ogrzewa w temperaturze około 180°C w ciągu 6—8 godzin. Po zakończeniu procesu suchy proszek rozpuszcza się w wodzie, otrzymany roztwór odbarwia się za pomocą węgla aktywowanego i przez zakwaszenie kwasem solnym do wartości $\text{pH} = 3$, wytrąca się z niego chlorowodorek PĀS-u. Produkt odfiltruje się od ługu macierzystego, przemycia wodą z lodem i przerabia w zwykły sposób na dwuwodną sól sodową. W wyniku otrzymuje się kwas p-aminosalicylowy z wydajnością 93 — 95% teorii.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania kwasu p-aminosalicylowego przez karboksylację m-aminofenolu w piecu obrotowym typu młyna kulowego, znamienny tym, że reakcję karboksylacji za pomocą CO_2 prowadzi się w obecności bezwodnego KHCO_3 w temperaturze około 180°C .
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że w czasie procesu przez piec obrotowy przepuszcza się CO_2 w sposób ciągły lub przerywany pod ciśnieniem nieco wyższym od atmosferycznego.

Instytut Przemysłu Organicznego