



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 18.05.74 (P. 171257)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.12.75

Opis patentowy opublikowano: 30.11.1979

Int. Cl.²
C07C 101/22
C07C 99/12

Twórcy wynalazku: Stanisław Machowski, Jerzy Grelewicz, Jerzy
Szczerbiński, Jan Matusiak

Uprawniony z patentu: Spółdzielnia Pracy Chemików „Xenon”, Łódź
(Polska)

Sposób oczyszczania technicznego kwasu dl-asparaginowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania technicznego kwasu dl-asparaginowego wyodrębnionego z mieszaniny poreakcyjnej, mający na celu uzyskanie produktu nadającego się do celów farmaceutycznych.

Znany jest sposób wyodrębniania kwasu dl-asparaginowego z mieszaniny poreakcyjnej według patentu polskiego nr 64170 polegający na oziębieniu do temperatury poniżej 0°C mieszaniny poreakcyjnej zawierającej sól amonową kwasu dl-asparaginowego, chlorek amonowy oraz amoniak, usunięciu wytrąconych kryształów chlorku amonowego, zagęszczeniu roztworu pod próżnią do konsystencji syropu, a następnie rozcieńczeniu wodą i zakwaszeniu kwasem solnym do pH = 2,8 — 3,1 oraz wyodrębnieniu wytrąconego produktu.

Kwas dl-asparaginowy wyodrębniony opisanym sposobem zawiera 6—7% zanieczyszczeń w postaci trudno rozpuszczalnych wodorotlenków metali ciężkich i substancji organicznych, które w przypadku przeznaczenia kwasu do celów farmaceutycznych wymagają usunięcia.

Z uwagi na specyficzne właściwości aminokwasów, do których należy kwas dl-asparaginowy, nieporównywalne z innymi kwasami organicznymi, usuwanie z nich zanieczyszczeń jest procesem czasochłonnym.

Rozpuszczenie kwasu dl-asparaginowego technicznego w wodzie i powtórne wytrącenie go kwasem solnym nie daje spodziewanych rezultatów,

2

gdyż wytrąceniu ulegają także zanieczyszczenia.

Stosunkowo dobre wyniki uzyskuje się prowadząc dwukrotną krystalizację kwasu dl-asparaginowego technicznego z wody w krystalizatorach bez wymuszonego chłodzenia z tym jednak, że proces przebiega wówczas bardzo wolno, gdyż jednorazowa krystalizacja trwa od 48 do 72 godzin.

Stwierdzono nieoczekiwanie, że przez zobojętnienie kwasu dl-asparaginowego technicznego wyodrębnionego z mieszaniny poreakcyjnej i dodanie substancji adsorbującej oraz oddzielenie powstałego osadu, a następnie zakwaszenie podgrzanego przesączu i stopniowe schłodzenie go, uzyskuje się produkt krystaliczny wolny od wodorotlenków metali ciężkich i substancji organicznych, nadający się do celów farmaceutycznych.

Sposób według wynalazku polega na zobojętnieniu kwasu dl-asparaginowego technicznego do pH = 6 i przeprowadzeniu go w asparaginian potasowy, sodowy lub amonowy, a następnie podgrzaniu mieszaniny do temperatury 80°C i dodaniu substancji adsorbującej, korzystnie węglą aktywnego, oddzieleniu powstałego osadu i podgrzaniu przesączu do temperatury 95—100°C oraz zakwaszeniu go w tej temperaturze kwasem solnym do pH = 2,9 — 3,1, a następnie stopniowym schłodzeniu zakwaszonego przesączu do temperatury poniżej 85°C. Następuje wówczas krystalizacja czystego kwasu dl-asparaginowego, który po wydzieleniu przemywa się wodą i suszy.

W trakcie zobojętniania kwasu dl-asparagino-
wego technicznego do pH = 6 następuje wytrące-
nie jonów metali ciężkich, węgiel zaś aktywny
spełnia nie tylko rolę adsorbenta, lecz także rolę
środka koagulującego koloidalne zanieczyszczenia
organiczne i ułatwiającego w końcowej fazie su-
szenie krystalicznego produktu, podgrzanie nato-
miast przesącza do temperatury 95—100°C i za-
kwaszenie go w tej temperaturze kwasem solnym
do pH = 2,9—3,1, a następnie stopniowe schła-
dzanie go do temperatury poniżej 85°C powoduje
wolną krystalizację produktu, a nie wytrącanie.

W wyniku oczyszczenia kwasu dl-asparaginowe-
go technicznego sposobem według wynalazku
otrzymuje się produkt 99,3—99,8% odpowiadający
w pełni normom farmaceutycznym.

Przykład. 150 g kwasu dl-asparaginowego
technicznego rozpuszcza się w 150 l wody i przy
intensywnym mieszaniu zobojętnia się wodę am-
oniakalną do pH = 6, a następnie podgrzewa się
mieszaninę do temperatury 80°C i dodaje 1,5 kg
węglu aktywnego, po czym odsącza się utworzony
osad. Przesącz podgrzewa się do temperatury

100°C i zakwasza w tej temperaturze kwasem sol-
nym do pH = 3,1, a następnie schładza się stop-
niowo do temperatury 20°C, co powoduje kry-
stalizację kwasu dl-asparaginowego. Wydzielony
krystaliczny kwas dl-asparaginowy przemycza się
wodą destylowaną i suszy, uzyskując 102 kg 99,6%
produktu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania technicznego kwasu dl-as-
paraginowego wyodrębnionego z mieszaniny po-
reakcyjnej, **znamienny tym**, że techniczny kwas
dl-asparaginowy zobojętnia się do pH = 6 i prze-
prowadza w asparaginian potasowy, sodowy lub
amonowy, a następnie podgrzewa się mieszaninę
do temperatury 80°C i dodaje substancję adsorbu-
jącą, korzystnie węgiel aktywny, po czym oddziela
się utworzony osad, przesącz zaś podgrzewa się do
temperatury 95—100°C i utrzymując tę temperatu-
rę zakwasza się kwasem solnym do pH = 2,9—
3,1, a zakwaszony przesącz schładza się stopniowo
do temperatury poniżej 85°C.