



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ К П А Т Е Н Т У

(11) 797572

(61) Дополнительный к патенту —

(22) Заявлено 24.08.78 (21) 2652699/23-04

(23) Приоритет. — (32) 23.11.77

(31) Р 2752287.8 (33) ФРГ

Опубликовано 15.01.81. Бюллетень № 2

Дата опубликования описания 15.01.81

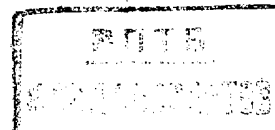
(51) М. Кл.³

С 07 С 101/22

(53) УДК 547.466.
.07(088.8)

(72) Авторы
изобретения

Иностранцы
Херберт Таннер и Пауль Шерберих
(ФРГ)



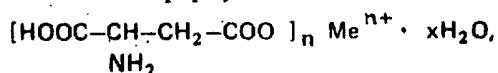
(71) Заявитель

Иностранная фирма
"Дегусса"
(ФРГ)

(54) СПОСОБ ВЫДЕЛЕНИЯ СОЛЕЙ АСПАРАГИНОВОЙ КИСЛОТЫ

1

Изобретение относится к усовершенствованному способу выделения солей аспарагиновой кислоты общей формулы I



в которой либо n равно 1 и Me означает щелочной металл, либо n равно 2 и Me представляет собой щелочноземельный металл или двухвалентный тяжелый металл и X в зависимости от содержащегося катиона представляет собой целое или дробное число от 0 до 4, из их водноорганических растворов.

Соли щелочных, щелочноземельных и тяжелых металлов аспарагиновой кислоты находят широкое применение в качестве лекарственных препаратов. Они легко растворимы в воде и органических растворителях или в смеси, состоящей из воды и органического растворителя. В результате этого их выделение в кристаллической форме технически довольно затруднено и прежде всего связано с большими потерями.

Известен способ выделения щелочных солей аминокислот, в частности аспарагиновой кисло-

2

ты, из водноорганических растворов путем упаривания реакционного раствора [1].

Целью изобретения является упрощение процесса.

5 Цель достигается способом выделения солей аспарагиновой кислоты вышеуказанной формулы I из них водноорганических растворов, заключающимся в том, что растворы этих солей подвергают распылению при 180–300°C на входе в сушилку и 95–120°C на выходе из нее.

15 Высушиванию с распылением могут подвергаться как растворы, которые получены для этой цели, так и маточники, которые получены после частичной кристаллизации солей аспарагиновой кислоты. При высушивании распылением можно использовать любые разбавленные растворы солей, но целесообразнее исходить из возможно более концентрированных растворов. 20 Высушивание распылением можно осуществлять во всех распылительных сушилках обычной конструкции.

Пример 1. Натрий-L-аспарат $\cdot \text{H}_2\text{O}$.

133,1 г (1 моль) L-аспарагиновой кислоты суспендируют в 200 мл воды и порциями сме

шивают с 40 г (1 моль) NaOH. Смесь после добавления 10 г активированного угля нагревают при температуре кипения флегмы в течение 15 мин и непосредственно после этого фильтруют в горячем виде. Бесцветный раствор при 280°C впрыскивают в башню распылительной сушилки. Твердый продукт отбирается из распылительной сушилки при 120°C. Бесцветный порошок получают с 98%-ным выходом (169,5 г). Удельное вращение $[\alpha]_D^{20}$ составляет +19,8° (10%-ный раствор в 2,5 н соляной кислоте).

Пример 2. Магний-бис-аспартат $2H_2O$.

Получение раствора соли осуществляют из 266,2 г (2 моля) L-аспарагиновой кислоты и 40,3 г (1 моль) окиси магния в 300 мл воды. Высушивание распылением проводят при температурах между 300°C (вход) и 110°C (выход продукта). Продукт получают в виде бесцветного кристаллического порошка с 99,5%-ным выходом (322,5 г). Удельное вращение $[\alpha]_D^{20}$ составляет +19,6° (2%-ный раствор в 5 н соляной кислоте).

Пример 3. Калий-L-аспартат $0,5 H_2O$.

Получают раствор соли из 133,1 г (1 моль) L-аспарагиновой кислоты и 56,1 г (1 моль) КОН в 200 мл воды. Этот раствор высушивают распылением при температурах между 180°C и 95°C. Получают 175 г (99,7% от теории) бесцветного, порошкообразного продукта. Удельное вращение $[\alpha]_D^{20}$ составляет +18,6° (2%-ный раствор в 5 н соляной кислоте).

Пример 4. Цинк-бис-L-аспартат H_2O .

Получают раствор соли из 133,1 г (1 моль) L-аспарагиновой кислоты и 40,7 г (0,5 моля) по в 300 мл воды. Высушивание распылением осуществляют при температурах между 230°C и 110°C. Получают 343,5 г (99% от теории) бесцветного, порошкообразного продукта. Удельное вращение $[\alpha]_D^{20}$ составляет +18,2° (2%-ный раствор в 5 н соляной кислоте).

Пример 5. Литий-L-аспартат H_2O .

133,1 г (1 моль) L-аспарагиновой кислоты и 24,0 г (1 моль) гидроокиси лития подвергают взаимодействию в 600 мл воды. Высушивание распылением раствора проводят при температурах между 190°C и 120°C. Получают 154 г (98% от теории) бесцветного, порошкообразного продукта. Удельное вращение $[\alpha]_D^{20}$ составляет +21° (2%-ный раствор в 5 н соляной кислоте).

Пример 6. Кальций-бис-L-аспартат.

133,1 г (1 моль) L-аспарагиновой кислоты и 37 г (0,5 моль) гидроокиси кальция подвергают взаимодействию в 300 мл воды. Высушивание распылением проводят при температурах между 250°C и 130°C. Получают 301 г (99% от теории) бесцветного, порошкообразного продукта. Удельное вращение $[\alpha]_D^{20}$ составляет +20,6° (2%-ный раствор в 5 н соляной кислоте).

Пример 7. Калий-D,L-аспартат $0,5 H_2O$.

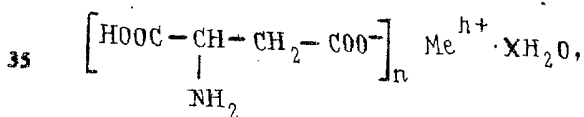
133,1 г (1 моль) D, L-аспарагиновой кислоты и 56,1 г (1 моль) КОН подвергают взаимодействию в 200 г воды. Высушивание распылением раствора проводят при температурах между 180°C и 115°C. Получают 178 г (99% от теории) бесцветного, порошкообразного продукта. Содержание азота составляет 7,73%, что соответствует 99,5% от теории.

Пример 8. Магний-бис-D,L-аспартат $4 H_2O$.

266,2 г (2 моля) D,L-аспарагиновой кислоты и 40,3 г (1 моль) окиси магния подвергают взаимодействию в 500 мл воды. Высушивание распылением проводят при температурах между 200°C и 95°C. Получают 352 г (98% от теории) бесцветного продукта. Содержание азота составляет 7,72%, что соответствует 99,5% от теории.

30 Формула изобретения

Способ выделения солей аспарагиновой кислоты общей формулы



где $n=1$ и Me означает щелочной металл, либо $n=2$ и Me означает щелочноземельный металл или двухатомный тяжелый металл и X — целое или дробное число от 0 до 4, из их водноорганических растворов, отличающийся тем, что, с целью упрощения процесса, растворы этих солей подвергают распылению при 180–300°C на входе в сушилку и 95–120°C на выходе из нее.

Источники информации,

принятые во внимание при экспертизе

1. Патент Англии № 1363099,

кл. С 07 С 101/20, опублик. 1974 (прототип).

50 Составитель Л. Иоффе

Редактор С. Лыжова

Техред А. Бабинец

Корректор В. Сенишкая

Заказ 9822/81

Тираж 454

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ИПИ "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4