

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 64 170

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 27.XII.1968 (P 130 880)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30.X.1971

Kl. 12 q, 6/01

MKP C 07 c, 101/22

UKD

Twórca wynalazku: Janusz Trzebiński

Właściciel patentu: Chemiczno-Farmaceutyczna Spółdzielnia Pracy „Filo-
farm”, Bydgoszcz (Polska)**Sposób wyodrębniania kwasu d'l asparaginowego z mieszaniny
poreakcyjnej powstałej w wyniku reakcji kwasu maleinowego lub
fumarowego z amoniakiem w obecności chlorku amonu**

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wyodrębniania kwasu d'l asparaginowego z mieszaniny poreakcyjnej powstałej w wyniku reakcji kwasu maleinowego lub fumarowego z amoniakiem w obecności chlorku amonu. Większość znanych metod syntezy kwasu d'l asparaginowego jest oparta o reakcję kwasu maleinowego lub fumarowego z amoniakiem, zachodzącą w środowisku wodnym w podwyższonej temperaturze pod ciśnieniem. Stosuje się dodatek chlorku amonu oraz katalizatorów takich jak tlenek rtęci lub sublimat.

Istotną część procesu syntezy stanowi wyodrębnienie kwasu d'l asparaginowego z mieszaniny poreakcyjnej. Znane są sposoby wyodrębniania kwasu d'l asparaginowego w postaci trudno rozpuszczalnej soli miedziowej lub przez bezpośrednie wytrącenie go z mieszaniny poreakcyjnej przez doprowadzenie jej kwasem organicznym lub mineralnym do punktu izoelektrycznego.

Sposób pierwszy jest niedogodny, gdyż otrzymaną sól kwasu d'l asparaginowego należy następnie rozkładać siarkowodorem a produkt oczyszczać od śladów miedzi.

Przy bezpośrednim wytrącaniu kwasu d'l asparaginowego z mieszaniny poreakcyjnej duża część kwasu pozostaje w roztworze i wydajność krystalizacji jest niska.

Celem wynalazku jest opracowanie takiej metody wytwarzania kwasu d'l asparaginowego, która umożliwi uniknięcie wspomnianych niedogodności.

2

Sposób według wynalazku opiera się na stwierdzeniu, że obecność chlorku amonu w roztworze poreakcyjnym otrzymanym z reakcji kwasu maleinowego z amoniakiem w obecności chlorku amonu znacznie utrudnia krystalizację kwasu d'l asparaginowego. Kwas d'l asparaginowy łatwo się bowiem rozpuszcza w roztworze chlorku amonu tak, że np. przy zastosowaniu frakcjonowanej krystalizacji można wyodrębnić tylko część kwasu z roztworu. Z częściowo zagęszczonych roztworów pokryształicznych zawierających duży nadmiar łatwo rozpuszczalnego chlorku amonu kwas d'l asparaginowy nie krystalizuje.

Sposobem według wynalazku z alkalicznej mieszaniny poreakcyjnej otrzymanej w wyniku działania amoniaku na kwas maleinowy w obecności chlorku amonu, usuwa się większość chlorku amonu przez krystalizację po wychłodzeniu tej mieszaniny do temperatury poniżej 0°C. Kwas d'l asparaginowy w tych warunkach pozostaje w roztworze, występuje bowiem w postaci soli, amonowej, praktycznie nieorganicznie rozpuszczalnej w wodzie. Przesącz po oddzieleniu chlorku amonu zagęszcza się pod zmniejszonym ciśnieniem w celu usunięcia nadmiaru amoniaku do konsystencji syropu a po rozpuszczeniu wodą zakwasza kwasem solnym do pH=2,8—3,1. Wytrącony z zakwaszonego roztworu kwas d'l asparaginowy oczyszcza się dalej przez rekrystalizację z wody.

Przykład: 116 g kwasu maleinowego 200 ml

wody, 200 ml 25% roztworu amoniaku i 110 g chlorku amonu ogrzewano w temperaturze 150°C przez 2 godziny w autoklawie pod wytworzonym ciśnieniem. Mieszaninę wychłodzono przez utrzymanie jej przez noc w temperaturze — 5°C, następnie oddzielono kryształy chlorku amonu, przesącz częściowo zagęszczono pod zmniejszonym ciśnieniem do konsystencji syropu. Syrop rozpuszczono w 800 ml wody i zakwaszono stężonym kwasem solnym do pH 3. Po wychłodzeniu przez noc w chłodni w temperaturze 0°C oddzielono kryształy surowego kwasu asparaginowego, który oczyszczono przez dwukrotną krystalizację z wody. Otrzymano 70 g kwasu asparaginowego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wyodrębniania kwasu d'l asparaginowego z mieszaniny poreakcyjnej powstałej po reakcji kwasu maleinowego lub fumarowego z amoniakiem w obecności chlorku amonu, **znamienny tym**, że 5 alkaliczną mieszaninę poreakcyjną zawierającą sól amonową kwasu d'l asparaginowego, chlorek amonu oraz amoniak, oziębia się do temperatury poniżej 0°C, usuwa się wytrącone kryształy chlorku amonu, następnie roztwór zagęszcza się pod próżnią do konsystencji syropu, a po rozcieńczeniu 10 wodą zakwasza się kwasem solnym do pH=2,8—3,1, po czym produkt oddziela się i oczyszcza znanym sposobem.