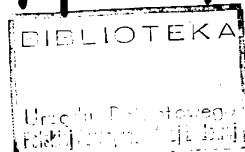


URZĄD PATENTOWY



C07f 9/76



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 35614

Kl. 12q, 15/02

Tarchomińskie Zakłady Farmaceutyczne*)

Tarchomin, Polska

Sposób wydzielania kwasu p-oksyfenyloarsinowego z roztworów wodnych

Udzielono patentu z mocą od dnia 28 listopada 1951 r.

W znanej metodzie otrzymywania kwasu p-oksyfenyloarsinowego z kwasu arsanilowego przez dwuazowanie i następne ogrzanie do temperatury 70°C, otrzymany kwas p-oksyfenyloarsinowy znajdujący się w roztworze należy wydzielić w postaci krystalicznej. Stosowane dotychczas metody izolowania czystego produktu polegają bądź na przeprowadzaniu otrzymanego kwasu w sól sodową, a następnie podgęszczaniu do 1/4 objętości, bądź na odparowywaniu do sucha roztworu kwasu p-oksyfenyloarsinowego i wyciąganiu znajdującego się w osadzie produktu.

Obie metody wymagają kosztownej aparatury próżniowej do podgęszczania w niskiej temperaturze i dają produkt zanieczyszczony związkami ubocznymi (barwniki), które usuwa się przez krystalizację w rozpuszczalnikach organicznych (alkohol, aceton).

W sposobie według wynalazku wykorzystano właściwość tworzenia przez kwas p-oksyfenyloarsinowy nierozpuszczalnej soli wapniowej przy

działaniu Ca(OH)_2 na rozcieńczone roztwory tego kwasu. Utworzona zasadowa sól wapniowa wypada z roztworu. W celu oczyszczenia otrzymanej soli rozpuszcza się ją w rozcieńczonym kwasie solnym, odbarwia węglem aktywnym, po czym po odsączeniu osadu ponownie wytrąca z roztworu za pomocą stężonego ługu sodowego. Sól wapniowa pod działaniem stężonego kwasu solnego ulega rozkładowi na wolny kwas i chlorek wapnia, przy czym przy określonym ściśle stężeniu roztworu oraz odpowiednim PH kwas p-oksyfenyloarsinowy wypada z roztworu prawie ilościowo. Optymalne stężenie przy którym krystalizuje kwas p-oksyfenyloarsinowy wynosi 40—50% w stosunku do suchej soli wapniowej. Sposób według wynalazku nie wymaga kosztownej aparatury próżniowej, posługuje się tanimi surowcami (CaO , HCl , NaOH) pomocniczymi, oraz daje produkt całkowicie wolny od innych zanieczyszczeń organicznych, co z uwagi na jego zastosowanie do syntezy środków leczniczych ma ogromne znaczenie.

Przykład. W naczyniu żelaznym emaliowanym rozpuszcza się 2,2 kg kwasu arsanilowego

*) Właściciel patentu oświadczył, że wynalazca jest inż. iPotr Kaźmierczak.

w 24 l wody zakwaszonej 3,9 kg kwasu solnego o ciężarze właściwym 1,154. Po oziębieniu mieszaniny do temperatury 0°C; wkrapla się powoli, ciągle mieszając, roztwór 700 g azotynu sodu w 2,8 kg wody. Otrzymany roztwór ogrzewa się do temperatury 70°C, a po zakończeniu wydzielania się azotu, zadaje się na gorąco 1,6 kg tlenku wapnia. Wytrąconą zasadową sól wapniową odsącza się, po czym rozpuszcza na zimno w 5%-owym kwasie solnym, otrzymanym przez zmieszanie 3,9 kg 30%-owego kwasu solnego z 18 kg wody. Po rozpuszczeniu osadu, roztwór odsącza się od nierozpuszczonych związków barwnych, przesącz ogrzewa do temperatury 70°C, dodaje 100 g węgla aktywnego i ponownie sączy.

Z przesączu wytrąca się na gorąco zasadową sól wapniową przez działanie 2,9 kg 40%-owego ługu sodowego. Wytrąconą sól odsącza się i rozpuszcza w 1,7 kg stężonego kwasu solnego (1,154). Roztwór soli wapniowej ogrzewa się do temperatury 70°C, sączy na gorąco, a otrzymany przesącz pozostawia do krystalizacji. Po 2-ch

dniach wydzielony kwas sączy się, przemywa i suszy w temperaturze 70°C. Otrzymuje się około 1,0 kg produktu o temperaturze topnienia 173—174°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wydzielania kwasu p-oksyfenyloarsinowego z roztworów wodnych, znamienny tym, że na wodny roztwór kwasu działa się związkami wapnia, które reagując z kwasem tworzą nierozpuszczalną w wodzie zasadową sól wapniową; sól tę oczyszcza się przez rozpuszczenie w kwasie solnym i ponowne wytrącenie stężonym ługiem sodowym, po czym oczyszczoną sól wapniową rozpuszcza się na gorąco w stężonym kwasie solnym przy stężeniu roztworu około 40—50% oraz $\text{PH} = 3-4$ i roztwór oziębia, przy czym wykrystalizowuje wolny kwas p-oksyfenyloarsinowy.

Tarchomińskie Zakłady
Farmaceutyczne

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych