



6074 9/08

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 38381

Kl. 12 o, 5/04

Farmaceutyczna Spółdzielnia Pracy w Poznaniu *)

Poznań, Polska

Sposób zwiększania wydajności glicerynofosforanu wapniowego otrzymywanego przez reakcję ortofosforanu sodowego z gliceryną w kwaśnym środowisku, zmydlanie wytworzonego dwuestru i zamianę soli sodowej na sól wapniową

Patent trwa od dnia 20 października 1954 r.

Znany sposób otrzymywania glicerynofosforanu, wapniowego przez ogrzewanie pod zmniejszonym ciśnieniem gliceryny z ortofosforanem sodowym w obecności kwasu solnego jako katalizatora, zmydlanie otrzymanego dwuestru ługiem sodowym, oczyszczanie glicerynofosforanu sodowego i przeprowadzanie go w sól wapniową jest nieekonomiczny. Dwie trudności następcza zwłaszcza usuwanie z preparatu chlorków, których obecność jest niedopuszczalna według Farmakopei Polskiej II.

Stwierdzono, że przez użycie do reakcji zamiast kwasu solnego — kwasu fosforowego jako katalizatora, zastosowanie nieco zwiększonej ilości

fosforanu jednosodowego, podniesienie temperatury łaźni olejowej, zwłaszcza w ostatnich godzinach estyfikacji, do 190°C, oraz przez przeprowadzenie natychmiastowego zmydlania po estyfikacji za pomocą ługu sodowego, można zwiększyć wydajność alfa-glicerynofosforanu sodowego, a ponadto uzyskać produkt, nie wymagający znużonego oczyszczania od chlorku. Jak wiadomo glicerynofosforan sodowy przeprowadza się w sól wapniową za pomocą 25%-owego roztworu octanu wapniowego, przy czym powstający glicerynofosforan wapniowy wytrąca się z roztworu 96%-owym alkoholem. Według wynalazku okazało się, że po 4 godzinach osiadania glicerynofosforanu wapniowego i sprawdzeniu zupełności wytrącenia alkoholem i octanem wapniowym, można jeszcze uzyskać dodatkową ilość tego produktu przez ponowny dodatek 25%-owego

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest dr Jan Pasich.

roztworu octanu wapniowego przy pH 7,5. To dodatkowe wytrącanie się glicerynofosforanu wapniowego, w obecności 60% alkoholu i przy pH = 7,5, jest wynikiem niejonowego charakteru reakcji i przesuwania się równowagi.

Wynalazek objaśnia najlepiej niżej przytoczony przykład:

Przykład. 35,2 kg gliceryny 28°Bé i 27,2 kg fosforanu jednosodowego ogrzewa się w obecności 560 g 50%-owego kwasu fosforowego pod zmniejszonym ciśnieniem w ciągu 10 godzin, stosując w drugiej połowie czasokresu estryfikacji temperaturę 190°C. Produkt reakcji rozpuszcza się w wodzie, usuwając zanieczyszczenie takie, jak siarczany pochodzące z technicznych produktów. Roztwór wodny estrów poddaje się następnie natychmiast zmydleniu za pomocą ługu sodowego, po czym usuwa się nieprzereagowany fosforan sodowy oraz izomeryczne estry za pomocą octanu wapniowego w sposób znany.

Po przesączeniu na prasie filtracyjnej otrzymany roztwór alfa-glicerynofosforanu sodowego zadaje się 25%-owym roztworem octanu wapniowego w ilości 40 litrów, w celu zamiany soli sodowej na sól wapniową. Następnie dodaje się alkoholu etylowego 96%-owego do uzyskania około 60%-owego roztworu. Po 4 godzinnym odstaniu i sprawdzeniu zupełnego wytrącenia za pomocą octanu wapniowego i alkoholu etylowego, dodaje się jeszcze 10—20 litrów roztworu octanu wapniowego, utrzymując pH środowiska 7,5 i stężenie

alkoholu wynoszące 60%, przy czym wytrąca się dodatkową ilość produktu, tak, że w rezultacie osiąga się wydajność dochodzącą do 55% w stosunku do użytej gliceryny.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób zwiększania wydajności glicerynofosforanu wapniowego otrzymywanego przez reakcję ortofosforanu sodowego z gliceryną w kwaśnym środowisku, zmydlenie wytworzonego dwuestru i zamianę soli sodowej na sól wapniową, znamienny tym, że reakcję estryfikacji prowadzi się w obecności kwasu fosforowego jako katalizatora i w drugiej połowie czasokresu jej trwania stosuje się temperaturę około 190°C.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że po znacznym wytrąceniu glicerynofosforanu wapniowego za pomocą octanu wapniowego i alkoholu, powoduje się jeszcze dodatkowe wytrącenie go, przez dodanie dodatkowej porcji octanu wapniowego, przy zachowaniu pH środowiska 7,5 i 60%-owego stężenia alkoholu w roztworze.

Farmaceutyczna Spółdzielnia
Pracy w Poznaniu

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych