



ГОСУДАРСТВЕННОЕ АГЕНТСТВО
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
ПРИ ПРАВИТЕЛЬСТВЕ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ (КЫРГЫЗПАТЕНТ)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

к предварительному патенту Кыргызской Республики

(21) 960353.1

(22) 26.03.1996

(46) 01.01.1997, Бюл. №3, 1997

(71)(73) Институт химии и химической технологии НАН КР (KG)

(72) Бакасова З.Б., Карагулова Ж.Ж. (KG)

(56) А.с. ЧССР №265534, кл. C07C 101/22, 1989

(54) Способ получения калий-магний аспарагината

(57) Изобретение относится к области органической химии и может быть использовано в химической и фармацевтической промышленностих. Задача изобретения - получение химически связанного калий-магний аспарагината, упрощение процесса и увеличение выхода конечного продукта. Сущность предлагаемого способа получения калий-магний аспарагината заключается в том, что подвергают взаимодействию шестиводный хлористый магний или семиводный сульфат магния и аспарагинат калия при соотношении 1:2, pH = 8-8.5 с последующим упариванием реакционной смеси до 1/3-1/4 части первоначального объема. 12 пр.

Изобретение относится к области органической химии и может быть использовано в химической и фармацевтической промышленностих при производстве синтетических лекарственных препаратов и биологически активных добавок.

Прототипом является способ получения солей аспарагиновой кислоты путем взаимодействия раствора едкого калия и смеси L - аспарагиновой кислоты, оксида магния при температуре +80°C, смещиванием этой горячей массы с карбонатом и силикагелем. Выделение конечного продукта осуществляют охлаждением до -40°C и сублимацией при непрерывном изменении температуры от -30 до +30°C и давл. от 13 до 54 Па; получают только лишь смешанные соли аспарагината калия (47.8 %) и аспарагината магния (48.1 %), выход 60 %.

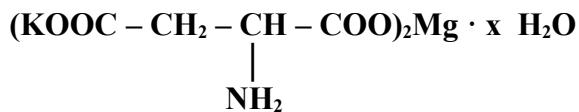
Недостатком известного способа является многостадийность процесса, применение низкой температуры и давления и, кроме того, получают смесь солей аспарагината калия и аспарагината магния.

Задача изобретения - получение химически связанного калий-магний аспарагината, упрощение процесса и увеличение выхода конечного продукта.

Поставленная задача заключается в том, что берут шестиводный хлористый магний или семиводный сульфат магния и аспарагинат калия при соотношении 1:2, pH=8-

8.5, нагревании до +80°C, с последующим упариванием реакционной смеси до 1/3- 1/4 части первоначального объема и кристаллизацией целевого продукта.

В результате взаимодействия неорганической соли с аспарагинатом калия происходит превращение кислой соли аспарагиновой кислоты в двойную соль общей формулы:



Химическая формула: $K_2Mg(C_4H_5NO_4)_2 \cdot x H_2O$.

Пример 1. Берут 5.18 г (0.03 моль) L-аспарагината калия, 10 мл дистиллированной воды и при постоянном перемешивании порциями добавляют 3.05 г (0.015 моль) шестиводного магния хлористого. Полученную смесь нагревают на водяной бане до 80°C и одновременно приливают водный раствор едкого кали до pH=8. Затем выпаривают до 1/4 ч первоначального объема, после этого охлаждают до комнатной температуры. Выпавший белый кристаллический порошок отфильтровывают. Выход 7.01 г, что составляет 85.18 %.

Найдено, %: C 23.39, H 3.01, N 6.84, Mg 5.98.

Вычислено, %: C 23.99, H 3.53, N 6.99, Mg 6.07.

Относительная плотность 1.15981 г/см³. Т.пл. - 143-14°C.

Пример 2. Берут 5.18 г (0.03 моль) L- аспарагината калия, 10 мл дистиллированной воды при постоянном перемешивании порциями добавляют 3.70 г (0.015 моль) семиводного сульфата магния. Полученную смесь нагревают на водяной бане до 80°C и одновременно постепенно приливают водный раствор едкого кали до pH=8. Затем выпаривают до 1/4 ч. первоначального объема, после этого охлаждают до комнатной температуры. Выпавший белый кристаллический порошок отфильтровывают. Выход 7.53 г, что составляет 84.82 %.

Найдено, %: C 21.57, H 3.77, N 6.45, Mg 5.51;

Вычислено, %: C 21.98, H 4.15, N 6.41, Mg 5.56.

Относительная плотность 1.1892 г/см³, Т. пл. - 145°C.

Пример 3. Берут 5.18 г (0.03 моль) L - аспарагината калия, 10 мл дистиллированной воды и при постепенном перемешивании порциями добавляют 3.05 г (0.015 моль) шестиводного магния хлористого. Полученную смесь нагревают на водяной бане до 80°C и одновременно постепенно приливают водный раствор едкого кали до pH=8.5. Затем выпаривают до 1/4 ч. первоначального объема, после этого охлаждают до комнатной температуры. Выпавший белый кристаллический порошок отфильтровывают.

Выход 7.21 г, что составляет 81.18 %.

Найдено, %: C 23.58, H 3.25, N 6.78, Mg 5.63;

Вычислено, %: C 23.99, H 3.53, N 6.99, Mg 6.07.

Относительная плотность - 1.1595 г/см³. Т. пл. - 144-146 °C.

Пример 4. Берут 5.18 г (0.03 моль) L - аспарагината калия, 10 мл дистиллированной воды и при постоянном перемешивании порциями добавляют 3.70 г (0.015 моль) семиводного сульфата магния. Полученную смесь нагревают на водяной бане до 80°C, и одновременно приливают водный раствор едкого кали до pH=8.5. Затем выпаривают до 1/4 ч. первоначального объема, после этого охлаждают до комнатной температуры. Выпавший белый кристаллический порошок отфильтровывают. Выход 7.18 г, что составляет 80.91 %.

Найдено, %: C 21.84, H 4.03, N 6.41, Mg 5.62;

Вычислено, %: C 21.98, H 4.15, N 6.41, Mg 5.56.

Относительная плотность - 1.2008 г/см³. Т. пл. - 143-145°C.

Пример 5. Берут 5.18 г (0.03 моль) DL - аспарагината калия, 10 мл дистиллированной воды и при постоянном перемешивании порциями добавляют 3.05 г

(0.015 моль) шестиводного магния хлористого. Полученную смесь нагревают на водяной бане до 80°C и одновременно постепенно приливают водный раствор едкого кали до pH=8. Затем выпаривают до 1/3 ч. первоначального объема, после этого охлаждают до комнатной температуры. Выпавший белый кристаллический порошок отфильтровывают. Выход 6.91 г, что составляет 84.02 %.

Найдено, %: C 23.77, H 3.08, N 6.88, Mg 5.99;

Вычислено, %: C 23.99, H 3.53, N 6.99, Mg 6.07.

Относительная плотность 1.671312 г/см³. Т. пл. - 155-157°C.

Пример 6. Берут 5.18 г (0.03 моль) DL- аспарагината калия, 10 мл дистиллированной воды и при постоянном перемешивании порциями добавляют 3.70 г (0.015 моль) семиводного сульфата магния. Полученную смесь нагревают на водяной бане до 80°C и одновременно постепенно приливают водный раствор едкого кали до pH=8. Затем выпаривают до 1/3 ч. первоначального объема, после этого охлаждают до комнатной температуры. Выпавший белый кристаллический порошок отфильтровывают. Выход 7.37 г, что составляет 83.07 %.

Найдено, %: C 21.59, H 3.88, N 6.53, Mg 5.49;

Вычислено, %: C 21.98, H 4.15, N 6.41, Mg 5.56.

Относительная плотность - 1.7330 г/см³. Т. пл. - 157°C.

Пример 7. Берут 5.18 г (0.03 моль) DL - аспарагината калия, 10 мл дистиллированной воды и при постоянном перемешивании порциями добавляют 3.05 г (0.015 моль) шестиводного магния хлористого. Полученную смесь нагревают на водяной бане до 80°C и одновременно постепенно приливают водный раствор едкого кали до pH=8.5. Затем выпаривают до 1/3 ч. первоначального объема, после этого охлаждают до комнатной температуры. Выпавший белый кристаллический порошок отфильтровывают. Выход 6.67 г, что составляет 81.03 %.

Найдено, %: C 23.81, H 3.21, N 6.87, Mg 5.91;

Вычислено, %: C 23.99, H 3.53, N 6.99, Mg 6.07.

Относительная плотность 1.59219 г/см³. Т. пл. - 154-156 °C.

Пример 8. Берут 5.18 г (0.03 моль) DL - аспарагината калия, 10 мл дистиллированной воды и при постоянном перемешивании порциями добавляют 3.70 г (0.015 моль) семиводного сульфата магния. Полученную смесь нагревают на водяной бане до 80°C и одновременно постепенно приливают водный раствор едкого кали до pH=8.5. Затем выпаривают до 1/3 ч. первоначального объема, после этого охлаждают до комнатной температуры. Выпавший белый кристаллический порошок отфильтровывают. Выход 7.12 г, что составляет 80.22 %.

Найдено, %: C 21.63, H 4.11, N 6.39, Mg 5.43;

Вычислено, %: C 21.98, H 4.15, N 6.41, Mg 5.65.

Относительная плотность 1.637611 г/см³. Т. пл. - 156-158°C.

Пример 9. Берут 5.18 г (0.03 моль) L - аспарагината калия, 10 мл дистиллированной воды и при постоянном перемешивании порциями добавляют 3.05 г (0.015 моль) шестиводного магния хлористого. Полученную смесь нагревают на водяной бане до 80°C и одновременно постепенно приливают водный раствор едкого кали до pH=8.3. Затем выпаривают до 1/4 ч. первоначального объема, после этого охлаждают до комнатной температуры. Выпавший белый кристаллический порошок отфильтровывают. Выход 7.84 г, что составляет 88.27 %.

Найдено, %: C 23.59, H 3.19, N 6.87, Mg 6.01;

Вычислено, %: C 23.99, H 3.53, N 6.99, Mg 6.07.

Относительная плотность - 1.1614 г/см³. Т. пл. - 144-146°C.

Пример 10. Берут 5.18 г (0.03 моль) L - аспарагината калия, 10 мл дистиллированной воды при постоянном перемешивании порциями добавляют 3.70 г (0.015 моль) семиводного сульфата магния. Полученную смесь нагревают на водяной бане до 80°C и одновременно постепенно приливают водный раствор едкого кали до pH=8.3.

Затем выпаривают до 1/4 ч. первоначального объема, после этого охлаждают до комнатной температуры. Выпавший белый кристаллический порошок отфильтровывают. Выход 7.22 г, что составляет 87.45 %.

Найдено, %: C 22.01, H 3.97, N 6.21, Mg 5.49;

Вычислено, %: C 21.98, H 4.15, N 6.41, Mg 5.56.

Относительная плотность 1.19475 г/см³. Т. пл. - 143-145°C.

Пример 11. Берут 5.18 г (0.03 моль) DL - аспарагината калия, 10 мл дистиллированной воды при постоянном перемешивании порциями добавляют 3.05 г (0.015 моль) шестиводного магния хлористого. Полученную смесь нагревают на водяной бане до 80°C и одновременно постепенно приливают водный раствор едкого кали до pH=8.3. Затем выпаривают до 1/3 ч. первоначального объема, после этого охлаждают до комнатной температуры. Выпавший белый кристаллический порошок отфильтровывают. Выход 7.81 г, что составляет 87.96 %.

Найдено, %: C 23.74, H 3.41, N 6.41, Mg 5.67;

Вычислено, %: C 23.99, H 3.53, N 6.99, Mg 6.07.

Относительная плотность 1.66179 г/см³. Т. пл. - 153-155°C.

Пример 12. Берут 5.18 г (0.03 моль) DL - аспарагината калия, 10 мл дистиллированной воды при постоянном перемешивании порциями добавляют 3.70 г (0.015 моль) семиводного сульфата магния. Полученную смесь нагревают на водяной бане до 80°C и одновременно постепенно приливают водный раствор едкого кали до pH=8.3. Затем выпаривают до 1/3 ч. первоначального объема, после этого охлаждают до комнатной температуры. Выпавший белый кристаллический порошок отфильтровывают. Выход 7.7 г, что составляет 86.79 %.

Найдено, %: C 21.78, H 4.08, N 6.03, Mg 5.12;

Вычислено, %: C 21.98, H 4.15, N 6.41, Mg 5.56.

Относительная плотность 1.674861 г/см³. Т. пл. - 154-156°C.

Оптимальная среда для получения целевого продукта pH=8-8.5. Если pH<8 то, образуется вязкая масса, которая затрудняет выделение конечного продукта в кристаллической форме; при pH > 8.5 идет неполная кристаллизация, которая приводит к уменьшению выхода конечного продукта.

ИК - спектр полученного соединения содержит полосы поглощения в области:

3420 см⁻¹ (валентные и деформационные колебания-NH);

1575 - 1460 см⁻¹ (валентные колебания >C = O);

1320 см⁻¹ (-C-O- связанный с комплексообразователем);

570 см⁻¹ (свидетельствует о существовании Mg←N);

795 см⁻¹ (характеризует координационно связанную воду).

Преимуществами предлагаемого способа являются: получение химически связанного соединения калий-магний аспарагината, а не смеси (в известном способе получают смешанные соли; из литературных данных известно, что химически связанные соединения всегда стабильны и их биологическая активность выше, чем у смесей); упрощение процесса (в известном способе выделение конечного продукта ведут при температуре -40°C, p = 13-54 Па, а в предлагаемом при комнатной температуре и при атмосферном давлении); увеличение выхода целевого продукта (80.22 - 88.27 %).

Формула изобретения

Способ получения калий-магний аспарагината на основе производных аспарагиновой кислоты и магнийсодержащих неорганических соединений при нагревании водного раствора реагирующих компонентов, отличающийся тем, что подвергают взаимодействию шестиводный хлористый магний или семиводный сульфат магния и аспарагинат калия при соотношении 1 : 2, pH = 8 - 8.5 с последующим упариванием реакционной смеси до 1/3 - 1/4 части первоначального объема и кристаллизацией целевого продукта.

Составитель описания
Ответственный за выпуск

Суртаева Э.Р.
Ногай С.А.

Кыргызпатент, 720021, г. Бишкек, ул. Московская, 62, тел.: (312) 68 08 19, 68 16 41; факс: (312) 68 17 03