

(19)



(10) **LT 3585 B**

(12)

PATENTO APRAŠYMAS

(11) Patent numeris: **3585**

(51) Int.Cl.⁵: **C07F 9/38**

(21) Paraiškos numeris: **IP1737**

(22) Paraiškos padavimo data: **1993 12 30**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **1995 07 25**

(45) Patent paskelbimo data: **1995 12 27**

(60) SU duomenys: **PCT/SE 91/00172, 1991 03 06 SU 5010100, 1991 11 11**

(31,32,33) Prioritetas: **9005534, 1990 03 12, GB**

(72) Išradėjas:

Edib Jakupovic, SE

Urban Stenhede, SE

(73) Patent savininkas:

Astra AB, S-151 85 Soedertaelje, SE

(74) Patentinis patikėtinis:

Marius Jakulis-Jason, 3, A.A.A.Baltic Service Company, Rūdninkų g. 18/2-12, 2001 Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:

Trinatrio fosfonoformiato heksahidrato gavimo būdas

(57) Referatas:

Išradimas susijęs su foskarneto, t. y. trinatrio fosfonoformiato heksahidrato gavimo būdu, turinčiu tokias reakcijos pakopas: natrio hidroksidas tirpinamas vandenyje, natrio hidroksido vandeninis tirpalas kaitinamas iki 50°C, į nurodytą tirpalą pridedama trietilfosfonoformiato, palaikant temperatūrą 50°C, reakcijos mišinys kaitinamas iki virimo su atgaliniu šaldytuvu apie 1 valandą, reakcijos mišinys atšaldomas, ir nufiltruojamas reikalingas produktas.

Išradimas susijęs su foskarneto, t. y. trinatrio fosfonoformiato heksahidrato gavimo būdu.

Patente EP-A-241 686 aprašytas šarminių metalų fosfonoformiatų gavimo būdas, įskaitant reakcijos pakopas, kai sumaišomas trialkilfosfonoformiatas ir vandeninis šarminio metalo hidroksido tirpalas, esant temperatūrai nuo vandens užšalimo taško iki 40°C, reakcijos mišinį trumpam išlaikant šioje temperatūroje (nebūtinai), ir vėliau mišinys kaitinamas iki virimo su atgaliniu šaldytuvu, kol įvyksta pilnas sumuilinimas.

Vėliau produktas išskiriamas reakcijos mišinį laikant 0°C temperatūroje apie 24 val., kristalai atskiriami ir vėliau perkristalinami. Nurodyta išeiga sudaro nuo 80% iki 86%, ir grynumas 99,9%.

Tačiau nustatyta, kad vandens kiekis, kurio sausame heksahidrato pavidalo produkte turi būti 8,3%, laikantis aprašyto būdo, keičiasi.

Šio išradimo tikslas - sukurti trinatrio fosfonoformiato heksahidrato gavimo būdą.

Tikslas pasiektas remiantis šiuo išradimu, kuris apima šias sekančias reakcijų pakopas: vandenyje ištirpinamas natrio hidroksidas, natrio hidroksido tirpalas kaitinamas iki 50°C, į nurodytą tirpalą pridedama trietilfosfonoformiato, esant 50°C, reakcijos mišinys kaitinamas iki virimo temperatūros su atgaliniu šaldytuvu apie 1 valandą, reakcijos mišinys atšaldomas ir gautas produktas nufiltruojamas.

Pagal vieną išradimo variantą, produktas ištirpinamas vandenyje ir perkristalinamas, atšaldant tirpalą iki 20°C, gaunant trinatrio fosfonoformiato heksahidratą.

Pagal kitą išradimo variantą, produktas ištirpinamas vandenyje ir po to perkristalinamas atšaldant tirpalą iki maždaug 5°C, tuomet susidaro trinatrio fosfonoformiato dodekahidratas, kuris džiovinamas, gaunant trinatrio fosfonoformiato heksahidratą.

Pagal šį išradimą, pirmoje stadijoje koncentruotas natrio hidroksidas sumaišomas su vandeniu, ir tirpalas kaitinamas iki maždaug 50°C. Po to į tirpalą dedamas trietilfosfonoformiatas, esant 50°C. Reakcijos mišinys kaitinamas iki virimo temperatūros, kuri yra 90-95°C, su atgaliniu šaldytuvu, ir susidaręs etilo spiritas nustumiamas. Reikiamą laiką mišiniui išbuvus virimo temperatūroje su atgaliniu šaldytuvu, turėtų būti apie 1 val., mišinys atšaldomas, ir gautas produktas nufiltruojamas.

Atšaldžius iki temperatūros, ne žemesnės kaip apie 17°C, pageidautina ne žemesnės kaip 20°C, susidaro drėgnos būsenos trinatrio fosfonoformiato heksahidratas. Tokiu būdu vandens kiekis bus apie 8,3%, kuris atitinka vandens kiekį sausame produkte grynu pavidalu. Atšaldžius iki temperatūros apie 20°C sumažės išeiga. Viršutinė priimtina riba, kada dar gaunama reikiama išeiga, gali būti nuo 25°C iki 30°C.

Atšaldžius iki maždaug 5°C ar žemesnės temperatūros, susidarys trinatrio fosfonoformiato dodekahidratas. Džiovinant šią medžiagą atitinkamose sąlygose, produktas esantis dodekahidrato pavidalu, nuosekliai virsta į heksahidratą. Jeigu bus džiovinama pakankamai ilgai, produktas palaipsniui virsta į nehidratuotą trinatrio fosfonoformiatą.

Pageidautina, kad produktas, gautas šio išradimo nurodytu būdu, būtų perkristalinamas, ištirpinant jį vandenyje, tirpalas kaitinamas kol nuskaidrės, po to

atšaldomas iki maždaug 20°C, kad produktas būtų gautas heksahidarto pavidalu, arba iki maždaug 5°C, kad būtų gautas produktas dodekahidrato pavidalu tolesniam džiovinimui.

5

Išradimą iliustruoja du darbiniai pavyzdžiai.

1 pavyzdys

10 423 g (4,77 mol) skystos koncentracijos natrio hidrok-
sido dedama į 400 ml vandens.

Tirpalas kaitinamas iki maždaug 50°C ir šioje tem-
peratūroje pridedama 167 g (0,795 mol) trietilfosfo-
15 noformiato. Po to reakcijos mišinys kaitinamas iki
maždaug 90°C, ir susidaręs etilo spiritas nudis-
tiliuojamas. Maždaug po 1 valandos, esant 90-95°C tem-
peratūrai, reakcijos mišinys atšaldomas iki maždaug
20°C, ir gautas produktas nufiltruojamas. Drėgno tri-
20 natrio fosfonoformiato heksahidrato išeiga yra 248 g.

Drėgna medžiaga perkristalinama 570 ml vandens, kai-
tinant iki 90°C, kad būtų gautas skaidrus tirpalas, o
po to atšaldant 20°C. Nufiltravus ir praplovus 50 ml
25 vandens, esant 18-22°C, gaunama 187 g (74% teorinės
išeigos) trinatrio fosfonoformiato heksahidrato. Šioje
medžiagoje yra apie 2% laisvo vandens, kuris gali būti
pašalintas džiovinant.

30 **2 pavyzdys.**

93,5 g trinatrio fosfonoformiato heksahidrato ištir-
pinama 335 ml vandens ir, kaitinant iki 90°C gaunamas
skaidrus tirpalas, kuris vėliau atšaldomas iki maždaug
35 5°C. Nufiltravus gaunama 119 g trinatrio fosfonofor-
miato dodekahidrato. Džiovinant šią medžiagą atitin-

kamose sąlygose, susidarys trinatrio fosfonoformiato
heksahidratas.

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

1. Foskarneto, t.y. trinatrio fosfonoformiato hekso-
hidrato gavimo būdas, b e s i s k i r i a n t i s tuo,
5 kad natrio hidroksidą tirpina vandenyje, gautą natrio
hidroksido tirpalą kaitina iki 50°C, į tirpalą prideda
trietilfosfonoformiato, palaikant temperatūrą 50°C, re-
akcijos mišinį kaitina iki virimo temperatūros su
atgaliniu šaldytuvu 1 valandą, reakcijos mišinį atšaldo
10 ir produktą nufiltruoja.
2. Būdas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s
tuo, kad produktą tirpina vandenyje ir po to per-
kristalina, atšaldant tirpalą iki temperatūros ne žė-
mesnės 17°C, gaunant trinatrio fosfonoformiato hekso-
15 hidrata.
3. Būdas pagal 1 ir 2 punktus, b e s i s k i r i a n -
t i s tuo, kad produktą tirpina vandenyje ir po to
perkristalina, atšaldant tirpalą maždaug iki 20°C ir
20 gaunant trinatrio fosfonoformiato heksahidrata.
4. Būdas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s
tuo, kad produktą tirpina vandenyje ir po to per-
25 kristalina, atšaldant tirpalą maždaug iki 5°C, dėl to
susidaro trinatrio fosfonoformiato dodekahidratas, kuri
džiovina, gaunant trinatrio fosfonoformiato hekso-
hidrata.