



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

263187

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 13 K 13/00
C 07 H 3/02

(22) Prihlášené 22 11 86

(21) PV 8504-86.S

(40) Zverejnené 16 09 88

(45) Vydané 14 07 89

(75)

Autor vynálezu

BÍLIK VOJTECH RNDr. DrSc., KNĚZEK IGOR ing., BÍLIKOVÁ KATARÍNA,
BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy D-manózy

Účelom spôsobu prípravy D-manózy je zlepšenie spôsobu prípravy D-manózy. Uvedený účel sa dosiahne tým, že D-glukóza za katalytického účinku molybdénanových iónov sa epimerizuje pri hmotnostnom pomere D-glukózy a vody 10:1 až 4 sa zahrieva pri teplote 90 až 125 °C po dobu 20 až 40 minút. Spôsob prípravy D-manózy má použitie v chémii a biochémmi sacharidov.

Výnález sa týka spôsobu príprav D-manózy.

Príprava D-manózy bola založená na hydrolýze prírodného materiálu obsahujúceho významné množstvá manánov ako sú škrupiny plodov palmy (*Phytelephas macrocarpa*), morské riasy (*Phophyra umbilicas*), krmné kvasnice (*Candida utilis*), rôzne kmene kvasníc rodu *Saccharomyces* a tiež bakteriálnych polysacharidov (*Salmonella typhosa*). Nevýhodou týchto spôsobov prípravy D-manózy je, že hydrolýzou prírodných materiálov vzniká zmes ďalších monosacharidov, oligosacharidov, aminokyselín a celý rad ďalších organických a anorganických látok. Z tejto zmesi izolácia D-manózy nie je jednoduchá. Epimerizácia D-glukózy katalyzovaná molybdénovými iónmi je výhodná pre prípravu D-manózy. Pri tomto spôsobe prípravy D-manózy sa 15 až 30 % hmot. vodný roztok D-glukózy za katalytického účinku molybdénanových iónov zahrieva pri teplote 70 až 100 °C po dobu 5 až 10 hodín, pričom sa získa rovnovážna zmes D-glukózy a D-manózy v hmot. pomere 3:1 (CS. pat. č. 149 051). Nevýhodou tohto spôsobu epimerizácie je, že reakčný čas je príliš veľký a aby sa časť D-glukózy mohla regenerovať je potrebné vodné roztoky hustovať.

Uvedené nevýhody v podstatnej miere odstraňuje navrhovaný spôsob prípravy D-manózy, ktorého podstata spočíva v tom, že vodný roztok D-glukózy sa epimerizuje za katalytického účinku molybdénanových iónov pri hmotnostnom pomere D-glukózy a vody 10:1 až 4 pri teplote 90 až 125 °C po dobu 20 až 40 minút.

Výhodou navrhovaného spôsobu prípravy D-manózy je, že veľmi zjednodušuje spôsob prípravy D-manózy tým, že nie je potrebné roztoky zahusťovať, že sa krácejá reakčný čas a dôsledkom práce s koncentrovanými roztokmi sa podstatne efektívnejšie využije nenáročné technologické zariadenie.

P r í k l a d 1

Zmes 198 g monohydrátu D-glykózy, 1,2 ml 99 % hmot. kyseliny octovej a 1,25 g molybdénanu amonného (hmotnostný pomer D-glykózy a vody 10:1) sa zahrieva pri teplote 125 °C počas 40 minút. Do reakčnej zmesi po vychladnutí na teplotu 70 °C sa pridá 100 ml metanolu a po premiešaní 100 ml 96 % hmot. etanolu. Do roztoku sa potom pridá 100 mg kryštalickej D-glukózy a zmes nechá kryštalizovať pri teplote 23 °C počas 48 hodín. Vylúčený monohydrát D-glukózy (81 g) sa odfiltruje, premyje zmesou metanolu a 96 % hmot. etanolu v objemovom pomere 1:1 a filtrát sa touto zmesou alkoholov doplní na 650 ml objem. Do roztoku sa pridá 80 ml anilínu a po premiešaní sa nechá stáť pri teplote 23 °C počas 24 hodín. Kryštalickej N-fenyl-D-manozylamín (61 g) sa odfiltruje a premyje zmesou alkoholov. Zmes 61 g N-fenyl-D-manozylamínu, 300 ml iónomeniča s funkčnými sulfoskupinami (Ostion KS 0 210) a 200 ml vody sa mieša pri teplote 40 °C počas 4 hodín. Iónomenič sa odfiltruje, premyje päťkrát so 100 ml vody a filtrát zahustí, čím sa získa 42 g D-manózy. Uvedeným postupom sa regeneruje 41 % hmot. monohydrátu D-glukózy a získa 23,5 % hmot. D-manózy počítané na D-glukózu resp. 39,5 % hmot. D-manózy vzhľadom na regenerovaný D-glukózu.

P r í k l a d 2

Postupuj sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa pridá 10 ml vody (hmotnostný pomer D-glukózy a vody 10:1,6) a zmes sa zahrieva pri teplote 120 °C počas 30 minút. Regeneruje sa 79 g (t.j. 40 % hmot.) monohydrátu D-glukózy a získa 42,5 g D-manózy (t.j. 23,5 % hmot. počítané na D-glukózu).

P r í k l a d 3

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa pridá 10 ml vody (hmotnostný pomer D-glukózy a vody 10:2,1) a zmes sa zahrieva pri teplote 120 °C počas 20 minút. Regeneruje sa 75 g (t.j. 38 % hmot.) monohydrátu D-glukózy a získa 44 g D-manózy (t.j. 24,5 % hmot. počítané na D-glukózu).

P r í k l a d 4

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa pridá 20 ml vody (hmotnostný pomer D-glukózy a vody 10:2,1) 1,3 g kyseliny molybdénovej namiesto kyseliny octovej a molybdénanu amonného a zmes sa zohrieva pri teplote 120 °C počas 20 minút. Regeneruje sa 69,5 g (t.j. 35 % hmot.) monohydrátu D-glukózy a získa 43 g D-manózy (t.j. 24 % hmot. počítané na D-glukózu).

P r í k l a d 5

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa pridá 20 ml vody (hmotnostný pomer D-glukózy a vody 10:2,1) a 2,5 g molybdénanu amonného a zmes sa zahrieva pri teplote 90 °C počas 40 minút. Regeneruje sa 77 g (t.j. 39 % hmot.) monohydrátu D-glukózy a získa 42 g D-manózy (t. . 23,5 % hmot. počítané na D-glukózu).

P r í k l a d 6

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa pridá 30 ml vody (hmotnostný pomer D-glukózy a vody 10:2,6) a zmes sa zahrieva pri teplote 115 °C počas 25 minút. Regeneruje sa 55,5 g (t.j. 28 % hmot.) monohydrátu D-glukózy a získa 44,5 g D-manózy (t.j. 24,5 % hmot. počítané na D-glukózu).

P r í k l a d 7

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa pridá 30 ml vody (hmotnostný pomer D-glukózy a vody 10:2,6) a zmes sa zahrieva pri teplote 90 °C počas 40 minút. Regeneruje sa 57,5 g (t.j. 29 % hmot.) monohydrátu D-glukózy a získa 42,5 g D-manózy (t.j. 23,5 % hmot. počítané na D-glukózu).

P r í k l a d 8

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa pridá 35 ml vody (hmotnostný pomer D-glukózy a vody 10:3) a zmes sa zahrieva pri teplote 110 °C počas 30 minút. Regeneruje sa 43,5 g (t.j. 22 % hmot.) monohydrátu D-glukózy a získa 45 g D-manózy (t.j. 25 % hmot. počítané na D-glukózu).

P r í k l a d 9

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa pridá 35 ml vody (hmotnostný pomer D-glukózy a vody (hmotnostný pomer D-glukózy a vody 10:3) a zmes sa zahrieva pri teplote 90 °C počas 40 minút. Regeneruje sa 45,5 g (t.j. 23 % hmot.) monohydrátu D-glukózy a získa 44 g D-manózy (t.j. 24,5 % hmot. počítané na D-glukózu).

P r í k l a d 10

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa pridá 55 ml vody (hmotnostný pomer D-glukózy a vody 10:4) a zmes sa zahrieva pri teplote 105 °C počas 35 minút. Regeneruje sa 20 g (t.j. 10 % hmot.) monohydrátu D-glukózy a získa 46 g D-manózy (t.j. 25,5 % hmot. počítané na D-glukózu).

P r í k l a d 11

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa pridá 55 ml vody (hmotnostný pomer D-glukózy a vody 10:4) a mes sa zahrieva pri teplote 90 °C počas 40 minút. Regeneruje sa 18 g (t.j. 9 % hmot.) monohydrátu D-glukózy a získa 45 g D-manózy (t.j. 25 % hmot. počítané na D-glukózu).

Vynález môže nájsť použitie v organickej chémii pri príprave D-manózy, ktorá má využitie v biochémií.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy D-manózy epimerizáciou D-glukózy v kyslom vodnom prostredí za katalytického účinku molybdenanových iónov, vyznačujúci sa tým, že vodný roztok D-glukózy sa epimerizuje molybdenanovými iónmi pri hmotnostnom pomere D-glukózy a vody 10:1 až 4 sa zahrieva pri teplote 90 až 125 °C po dobu 20 až 40 minút.