



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

248883

(11) (B1)

/22/ Přihlášeno 12 09 85
/21/ PV 6504-85

(51) Int. Cl.⁴
C 07 H 9/02

(40) Zveřejněno 17 07 86

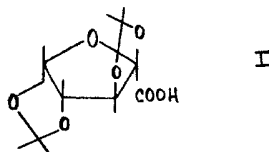
(45) Vydáno 15 01 88

(75)
Autor vynálezu

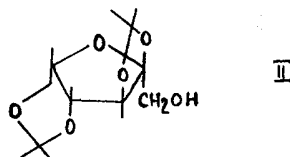
HLAVATÝ JAROMÍR ing. CSc., VOLKE JIŘÍ doc. RNDr. DrSc.,
LIŠKA FRANTIŠEK ing. CSc., PRAHA

(54) Způsob přípravy 2,3:4,6-di-O-izopropyliden-2-oxo-L-gulonové kyseliny

Způsob přípravy 2,3:4,6-di-O-izopropyliden-2-oxo-L-gulonové kyseliny vzorce I, jehož podstata spočívá v tom, že se 2,3:4,6-di-O-izopropyliden- α -L-sorbofuranosa vzorce II oxiduje v alkalickém prostředí terciárním butylhypochloridem v přítomnosti katalytického množství nikelnatých solí. Kyselina vzorce I je meziproduktem v procesu výroby vitamínu C vycházejícího z D-glukózy.



OBR.1



OBR.2

Vynález se týká způsobu přípravy 2,3:4,6-di-O-izopropyliden-2-oxo-L-gulonové kyseliny vzorce I.

Kyselina vzorce I je jedním z meziproduktů při výrobě L-askorbové kyseliny /vitaminu C/ vycházející z D-glukózy. Dosavadní způsoby výroby kyseliny vzorce I spočívají v oxidaci 2,3:4,6-di-O-izopropyliden-L-L-sorbofuranosy vzorce II.

Oxidace se provádí chlornanem sodným nebo elektrochemicky v alkalickém prostředí, v obou případech v přítomnosti katalytického množství nikelnatých solí. Dále byl pro oxidaci použit manganistan draselný a katalytická oxidace vzduchem v přítomnosti paladiových katalyzátorů, viz G. M. Jaffe: Kirk-Othmer Encyklopedie, 3. vyd. sv. 24, 8.

Vynález se týká způsobu přípravy kyseliny vzorce I oxidací sorbofuranosy vzorce II terciárním butylhypochloritem v alkalickém prostředí v přítomnosti nikelnatých solí jako katalyzátorů. Reakce se uskuteční tak, že se terciární butylhypochlorit přidává v koncentrované formě k míchanému roztoku sorbofuranosy vzorce II ve vodném roztoku hydroxidu sodného a/nebo draselného v přítomnosti nikelnatých solí při teplotách 20 až 50 °C. Reakční směs po oxidaci se zpracovává filtrací, neutralizací a po okyselení na pH 1 až 1,5 se vyloučená kyselina vzorce I izoluje filtrací.

Výhodou postupu podle vynálezu je možnost použití koncentrované formy terciárního butylhypochloritu, který je relativně snadno dostupný chlorací terciárního butylalkoholu chlorem v roztoku hydroxidu sodného nebo elektrochemickou chlorací vodného roztoku terciárního butylalkoholu a chloridu sodného, dále jednoduché provedení reakce a jednoduché zpracování reakční směsi.

Účinek způsoby podle vynálezu spočívá tedy v tom, že pomocí koncentrované formy terciárního butylhypochloritu se oxiduje hydroxymetylová skupina na skupinu karboxylovou.

Způsob podle vynálezu je popsán na několika příkladech provedení.

P ř í k l a d 1

15,0 g sorbofuranosy vzorce II bylo rozpuštěno v roztoku 15,0 g hydroxidu sodného ve 100 ml vody. Poté byl přidán roztok 1,5 g heptahydrátu síranu nikelnatého v 5 ml vody a ke vzniklému roztoku bylo za míchání přikapáno 25,8 g terciárního butylhypochloritu. Teplota reakční směsi byla udržována v rozmezí 20 až 40 °C. Po jednohodinovém míchání byla reakční směs zpracována filtrací, čirý, bezbarvý filtrát byl ochlazen na teplotu 0 °C, zneutralizován koncentrovanou kyselinou chlorovodíkovou a po dalším ochlazení filtrátu na -5 °C byl okyselen kyselinou chlorovodíkovou na pH 1 až 1,5. Vyloučený hydrát kyseliny oxogulonové vzorce I byl izolován filtrací a bylo získáno 12,7 g /75% kyseliny vzorce I o teplotě tání 72 až 73 °C.

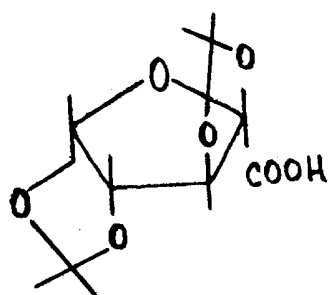
P ř í k l a d 2

5,0 g sorbofuranosy vzorce II bylo rozpuštěno v 55,0 g 9% /hmotnostní/ hydroxidu sodného a poté byl přilít roztok 0,5 g heptahydrátu síranu nikelnatého ve 3,0 ml vody. K takto vzniklému roztoku bylo přikapáváno 8,6 g terciárního butylhypochloritu, přičemž se reakční směs samovolně ohřála na 35 °C. Po jednohodinovém míchání při 35 °C byla reakční směs zpracována filtrací, filtrát byl nejprve neutralizován kyselinou chlorovodíkovou a poté za chladu okyselen na pH 1,5. Vyloučený produkt byl odfiltrován a po jeho vysušení bylo získáno 4,0 g /71% kyseliny vzorce I o teplotě tání 73 až 74 °C.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

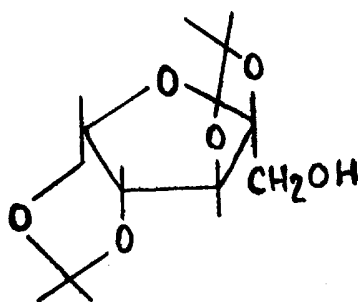
Způsob přípravy 2,3:4,6-di-O-izopropyliden-2-oxo-L-gulonové kyseliny vzorce I, který se provádí v alkalickém prostředí v přítomnosti nikelnatých solí jako katalyzátorů, vyznačený tím, že se 2,3:4,6-di-O-izopropyliden- α -L-sorbofuranosa vzorce II oxiduje terciárním butylhypochloritem.

1 výkres



I

OBR.1



II

OBR.2