



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

211256

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 10 07 80
(21) (PV 4910-80)

(40) Zveřejněno 30 06 81

(45) Vydáno 15 08 83

(51) Int. Cl.³
C 07 D 239/60

(75)

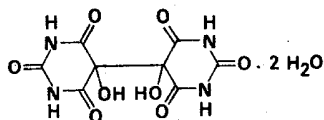
Autor vynálezu

PRACHAŘ JIŘÍ, ELIÁŠEK LUBOMÍR, BRNO

(54) Způsob výroby alloxantindihydrátu

Podstatou vynálezu je způsob výroby alloxantindihydrátu z alloxanhydrátu, přičemž redukce se provádí fosforanem sodným nebo draselným v přítomnosti minerální kyseliny za dané teploty. Alloxantindihydrát lze podle vynálezu získat i bez předchozí izolace alloxanhydrátu z reakčních směsí. Tímto postupem lze ve srovnání s dosavadním stavem dosáhnout jednak vyšších výtěžků, jednak surovina ve vynálezu použitá je poměrně levná a snadno dostupná. Mimoto je z reakce odstraněn jedovatý sirovodík.

Předmětem vynálezu je způsob výroby alloxantindihydrátu obecného vzorce



redukci alloxanhydrátu.

Alloxantindihydrát je meziproduktem k výrobě murexidu, užívá se též jako analytické a biochemické činidlo. Jeho výroba spočívá v redukcí alloxanhydrátu, který se připraví oxidací kyseliny barbiturové (Org. Syntheses Coll. Vol. 4, 23 /1963/) nebo 5-benzalbarbiturové (Org. Syntheses Coll. Vol. 3, 39 /1955/) kysličníkem chromovým, popřípadě oxidací kyseliny močové koncentrovanou kyselinou dusičnou (Bull. soc. pharm. Bordeaux, 66, 8-12 /1928/), chlorečnanem draselným v kyselém prostředí (Org. Syntheses Coll. 3, 42 /1955/), různými redukčními činidly, mezi které patří chlorid cínatý v prostředí koncentrované kyseliny chlorovodíkové (J. Org., Chem. 1, 305 /1936/), sirnatan sodný v roztoku kyseliny dusičné (SSSR pat. 189 835 /1966/), sirovodík (Org. Syntheses Coll. Vol. 3, 42 /1955/) a 4, 25 /1963/). Nevýhody dosavadních postupů, použití drahého chloridu cínatého, menší výtěžky v případě použití sirovodíku a sirnatanu sodného v podstatné míře snižuje způsob popsany ve vynálezu.

Jeho podstata spočívá v tom, že se redukce alloxanhydrátu provádí fosforanem sodným nebo draselným v přítomnosti minerální kyseliny při teplotě 40 až 90 °C, s výhodou při 55 až 70 °C. S výhodou lze alloxantindihydrát získat bez předchozí izolace alloxanhydrátu z reakčních směsí získaných výše uvedenými postupy.

P ř í k l a d 1

K roztoku 16,01 g (0,1 M) alloxanhydrátu (eventuálně ekvivalentní množství tri- nebo tetrahydrátu) ve 100 ml vody a 20 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové se při 60 °C přidá 5,8 g fosforanu sodného kryst. a po 30minutovém zahřívání při 60 °C se vyloučený alloxantindihydrát po ochlazení promyje 2x 100 ml studené vody a suší při teplotě místnosti do konstantní hmotnosti. Výtěžek: 15,5 g, tj. 96,22 % teorie, počítáno na alloxanhydrát. Obsah dusíku teoreticky 17,35 %, zjištěno 16,92 %.

P ř í k l a d 2

Ke směsi 35 g ledové kyseliny octové, 10 ml vody a 15,6 g kysličníku chromového se za udržování teploty 50 °C během 20 minut přidá 12,8 g (0,1 M) kyseliny barbiturové. Po přidání se reakční směs míchá ještě půl hodiny při 50 °C, naředí se 100 ml vody, přidá 100 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové a 12 g fosforanu sodného krystalického a půl hodiny míchá při 60 °C, ochladí se na 15 °C, odsaje, promyje 2x 100 ml studené vody a suší do konstantní hmotnosti při teplotě místnosti. Výtěžek: 11,2 g, tj. 71,4 % teorie, počítáno na kyselinu barbiturovou. Obsah dusíku teoreticky 17,35 %, zjištěno 16,99 %.

P ř í k l a d 3

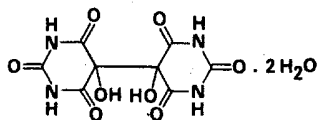
Ke směsi 15 g kyseliny močové 25 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové a 40 ml vody se za míchání při teplotě 30 °C během 45 minut přidají v malých dávkách 4 g chlorečnanu draselného, odfiltruje se zbytky kyseliny močové, k filtrátu se při 55 až 85 °C předloží roztok 10 g fosforanu sodného krystalického v 50 ml vody a po půlhodinovém zahřívání na 60 °C se vyloučený alloxantindihydrát po ochlazení na 15 °C odsaje, promyje 2x 100 ml studené vody a suší do konstantní hmotnosti při teplotě místnosti. Výtěžek: 11,2 g, tj. 77,9 %

teorie, počítáno na kyselinu močovou. Obsah dusíku teoreticky 17,35 %, zjištěno 17,07 % dusíku.

Při použití shora uvedeného postupu se jednak dosahuje vyšších výtěžků, jednak jde o levnou, snadno přístupnou surovinu a mimoto je odstraněn jedovatý sirovodík.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby alloxantindihydrátu obecného vzorce



redukci alloxanhydrátu, vyznačený tím, že se redukce provádí fosfornanem sodným nebo draselným, v přítomnosti minerální kyseliny při teplotě 40 až 90 °C, s výhodou při 55 až 70 °C.