



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

214 166

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 07 07 80
(21) PV 4840-80

(51) Int. Cl.

C 07 H 5/06
// C 07 C 107/04
// C 07 C 87/52

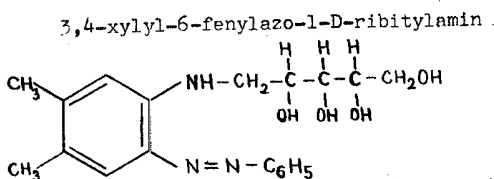
(40) Zveřejněno 15 09 81
(45) Vydáno 15 02 85

(75)

Autor vynálezu MAYER JIŘÍ ing., COUFALOVÁ MARIE dr., GABRIEL JIŘÍ dr., OLOMOUC

(54) Způsob přípravy 3,4-xylyl-6-fenylazo-1-D-ribitylaminu

1



je důležitým meziproduktem pro přípravu riboflavinu-vitaminu B₂, který vzniká kondenzací této sloučeniny s kyselinou barbiturovou. 3,4-xylyl-6-fenyl-1-D-ribitylamin se připravuje kopulací diazoniové soli anilinu v prostředí kyseliny solné s 3,4-xylyl-D-ribitylaminem. Kopulační reakce se provádí smícháním neizolované diazoniové soli s roztokem nebo suspenzí 3,4-xylyl-D-ribitylaminu a postupným zvyšováním pH přidáváním octanu sodného. Optimální pH pro kopulaci se má pohybovat od 3,2 do 4, jinak vznikají vedlejší reakce, a tím se snižuje výtěžek a kvalita žádaného produktu (Šnajdman L.O.: Proizvodstvo vitaminov, Izdatelstvo piščevaja promyšlenost', Moskva 1973, strana 120 až 121).

Za dosud užívaných podmínek reakce dochází při kopulaci k částečnému rozkladu diazoniové soli, neboť optimálního pH je dosaženo až na konci procesu. pH roztoku po přidávání octanu sodného se postupně zvyšuje, kopulační reakce zpočátku neprobíhá v optimálním rozmezí pH, což vede ke snižování výtěžků. Při vyšším pH (např. při předávkování octanu sodného nebo lokálním zvýšení pH při dávkování roztoku octanu sodného) vzniká nežádoucí vedlejší produkt (1-(3,4-xylyl)-1-D-ribityl-3-fenyltriazin).

Nově bylo zjištěno, že kopulační reakci lze provádět v plném rozsahu v optimálním rozmezí pH 3,2 až 4. Princip spočívá v použití soli kyseliny mravenčí s výhodou mravenčanu sodného nebo draselného za přítomnosti kyseliny mravenčí. Volná kyselina mravenčí může být přítomna již na začátku reakce, v každém případě však vzniká ze své soli přidáváním diazotačního roztoku s obsahem minerální kyseliny.

K roztoku nebo suspenzi 3,4-xylyl-3-ribitylaminu se přidá mravenčan sodný neb draselný neb jeho roztok a pH se upraví na hodnotu cca 3,8 až 4. Za míchání se přidává roztok diazoniové soli, přičemž okamžitě nastává kopulace. Působením mravenčanu sodného neb draselného probíhá i konec reakce v optimálním rozmezí pH. Kromě potlačení vzniku vedlejších reakcí, a tím zvýšení výtěžků a čistoty produktu, umožňuje nový postup i snížení přebytku diazoniové soli, protože dochází ke kopulaci ihned a nenastává rozklad diazoniové soli. Kromě vodného prostředí je možno provádět proces ve směsi vody s organickým rozpouštědlem.

Příklad 1

K roztoku mravenčanu sodného připraveného smícháním 16,25 g kyseliny mravenčí 85%ní a roztoku 12,0 g hydroxidu sodného ve 300 ml vody se přidá 19,6 g 3,4-xylyl-D-ribitylaminu a po rozmíchání se upraví pH suspenze kyselinou mravenčí na hodnotu 3,8 až 4. Pak se reakční směs vychladí na 15 °C a přileje se k ní roztok benzendiazoniumchloridu připravený diazotací 9,0 g anilinu 7,0 g dusitanu sodného ve zředěné kyselině chlorovodíkové při 2 až 5 °C. Kopulační reakce se provádí při 14 až 16 °C. Pak se reakční směs míchá ještě 3 hodiny při 18 až 20 °C a 2 hodiny se nechá stát při 24 až 26 °C. Produkt se odsaje, promyje 150 ml vody a usuší při 50 až 60 °C.

Získá se 26,8 g surového 3,4-xylyl-6-fenylazo-1-D-ribitylaminu, tj. 97,1 % teorie, který po opracování vodným methanolem poskytne 24,55 g čistého produktu o teplotě tání 175 až 177 °C.

Příklad 2

K roztoku mravenčanu draselného připraveného smícháním 16,25 g kyseliny mravenčí 85 %ní a roztoku 16,80 g hydroxidu draselného ve 300 ml vody se přidá 19,6 g 3,4-xylyl-D-ribitylaminu a po rozmíchání se upraví pH suspenze kyselinou mravenčí na hodnotu 3,8 až 4,0. Pak se reakční směs vychladí na 15 °C a přileje se k ní roztok benzendiazoniumchloridu připravený diazotací 9,0 g anilinu 7,0 g dusitanu sodného ve zředěné kyselině chlorovodíkové při 2 až 5 °C.

Kopulační reakce se provádí při 14 až 16 °C. Pak se reakční směs míchá ještě 3 hodiny při 18 až 20 °C a 2 hodiny se nechá stát při 24 až 26 °C.

Produkt se odsaje, promyje 150 ml vody a usuší při 50 až 60 °C.

Získá se 26,50 g surového 3,4-xylyl-6-fenylazo-1-D-ribitylaminu tj. 96,0 % teorie, který po opracování vodným methanolem poskytne 24,20 g produktu o teplotě tání 175 až 177 °C.

P R Ě D M Ě T V Y N Ā L Ě Z U

Způsob přípravy 3,4-xylyl-6-fenylazo-1-D-ribitylaminu kopulací diazoniové soli anilinu s 3,4-xylyl-D-ribitylaminem ve vodném prostředí neb v prostředí vody za přítomnosti organických rozpouštědel, vyznačený tím, že kopulace provádí za přítomnosti soli kyseliny mravenčí a kyseliny mravenčí v rozmezí pH 3,2 až 4.