



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

225600
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 H 5/06

(23) Výstavná priorita
(22) Prihlásené 05 11 82
(21) PV 7895-82

(40) Zverejnené 24 06 83

(45) Vydané 30 09 85

(75)

Autor vynálezu

PETRUŠ LADISLAV ing. CSc., BÍLIK VOJTĚCH RNDr. DrSc., BRATISLAVA

(54) β -Laktozylmetylamín, β -maltozylmetylamín, β -celobiozylmetylamín a spôsob ich prípravy

Vynález sa týka β -laktozylmetylamínu, β -maltozylmetylamínu, β -celobiozylmetylamínu a spôsobu ich prípravy.

Glykozylmetylamíny ako deriváty sacharidov vhodné na glykozyláciu proteínov sú doteraz známe len ako deriváty monosacharidov. Pripravujú sa katalytickou redukciou glykozylnitrometánov plynným vodíkom na niklovom [J. C. Sowden a M. L. Oftedahl: J. Org. Chem. 26, 1974 (1961); L. Houhg a S. H. Shute: J. Chem. Soc. 4633 (1962)] alebo platinovom katalyzátore [J. C. Sowden, C. H. Bowers a K. O. Lloyd: J. Org. Chem., 29, 130 (1964); S. W. Gunner, R. D. King, W. G. Overend a N. R. Williams: J. Chem. Soc. (C) 1954 (1970)]. Efektívny postup, ktorým boli pripravené β -D-glukopyranozylmetylamín a β -D-galaktopyranozylmetylamín, predstavuje aj redukcia glykozylnitrometánov pôsobením hydroxidu železnatého [L. Petruš, čs. autor-ské osvedčenie č. 225315].

Navrhovaný spôsob rozširuje sortiment glykozylmetylamínov o tri disacharidové deriváty. Podstatou vynálezu sú zlúčeniny β -laktozylmetylamín, β -maltozylmetylamín a β -celobiozylmetylamín všeobecného vzorca $R-CH_2-NH_2$, kde R predstavuje β -laktozyl, β -maltozyl alebo β -celobiozyl. Podstatou vynálezu je ďalej spôsob prípravy zlúčenín všeobecného vzorca $R-CH_2-NH_2$, ktorý sa vyznačuje tým, že východiskový β -laktozyl-

nitrometán, β -maltozylnitrometán alebo β -celobiozylnitrometán všeobecného vzorca $R-CH_2-NO_2$ sa redukuje vo vodnom roztoku síranu železnatého a amoniaku pri teplote 90 až 100 °C a pH > 8 po dobu 5 až 20 minút.

Výhodou navrhovaného spôsobu prípravy disacharidových glykozylmetylamínov je, že umožňuje jednoduchú izoláciu produktu. Postup je jednoduchý a nenáročný na použité chemikálie a zariadenia.

Východiskové disacharidové glykozylnitrometány sú dostupné látky a pripravujú sa z odpovedajúcich redukujúcich disacharidov nitrometánovou syntézou a následnou dehydratáciou medziproduktu [L. Petruš, S. Bystřický, T. Sticzay a V. Bílik: Chem. Zvesti 36, 103 (1982)].

Príklad 1

Do vriaceho roztoku heptahydrátu síranu železnatého (10,1 g) vo vode (24 ml) sa za miešania pridal roztok β -laktozylnitrometánu (2 g) vo vode (10 ml). Potom sa ihneď za intenzívneho miešania pridával po častiach koncentrovaný vodný roztok amoniaku (á 3 ml), kým vriaci roztok nebol významne alkalický (pH > 8). Nakoniec sa reakčná zmes ešte povarila 10 min (pridaním amoniaku sa stále udržiavala požadovaná alkalita). Zrazenina sa odfiltrovala a premyla 2 % vodným roztokom amoniaku (50 ml). K ochladenému filtrátu sa pridal anex v hyd-

roxidovej forme (asi 50 g) a na rotačnej odparke sa za zníženého tlaku (asi 5 kPa) oddestilovala zo suspenzie asi polovica objemu kvapaliny. Anex sa odfiltroval a premyl vodou (3×50 ml). Zahustením filtrátu sa získal čistý β -laktozylmetylamin [1,3 g; 70 %], ktorý po rozpustení v metanole vykryštalizoval po niekoľkých dňoch na stenách nádoby ako β -laktozylmetylamin karbonát o t. t. 139 až 140 °C a $[\alpha]_D^{20} + 19^\circ$ (voda, c 2). Pre $C_{13}H_{25}NO_{11} \cdot H_2CO_3$ vypočítané 40,28 % C; 6,52 % H; 3,36 % N; zistené 40,36 % C, 6,72 % H, 3,46 % N.

Príklad 2

Z β -maltozylnitrometánu [2 g] sa rovnakým postupom ako v príklade 1 získal zahustením finálneho filtrátu (rotačná vá-

kuová odparka, 5 kPa, 40 °C, 5 h) β -maltozylmetylamin hydrát (1,2 g, 63 %) ako amorfná sklovitá hygroskopická látka s $[\alpha]_D^{20} + 93^\circ$ (voda, c 2). Pre $C_{13}H_{25}NO_{10} \cdot H_2O$ vypočítané 41,82 % C, 7,29 % H, 3,75 % N, nájdené 42,04 % C, 7,43 % H, 3,50 % N.

Príklad 3

Z β -celobiozylnitrometánu [1 g] sa postupom podľa príkladu 2 získal β -celobiozylmetylamin hydrát (0,7 g, 73 %) ako amorfná sklovitá hygroskopická látka s $[\alpha]_D^{20} + 2^\circ$ (voda, c 2). Pre $C_{13}H_{25}NO_{10} \cdot H_2O$ nájdené 42,17 % C, 7,39 % H, 3,53 % N.

Vynález má význam pri príprave disacharidových glykozylmetylaminov, ktoré majú využitie v organickej syntéze a pri glykolyáli proteínov.

PREDMET VYNÁLEZU

1. Zlúčeniny β -laktozylmetylamin, β -maltozylmetylamin a β -celobiozylmetylamin všeobecného vzorca $R-CH_2-NH_2$, kde R predstavuje β -laktozyl, β -maltozyl alebo β -celobiozyl.
2. Spôsob prípravy zlúčenín obecného vzorca $R-CH_2-NH_2$ podľa bodu 1, kde R má význam uvedený v bode 1, vy-

značený tým, že východiskový β -laktozylnitrometán, β -maltozylnitrometán alebo β -celobiozylnitrometán všeobecného vzorca $R-CH_2-NO_2$ sa redukuje vo vodnom roztoku síranu železnatého a amoniaku pri teplote 90 až 100 °C a pH > 8 po dobu 5 až 20 minút.