

Warszawa, 16 sierpnia 1937 r.

URZĄD PATENTOWY



C 07 d 5/12

TEKA

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 25067.

Kl. 12 o, 21.

F. Hoffmann-La Roche & Co. Aktiengesellschaft
(Bazyleja, Szwajcaria).

Sposób wytwarzania kwasu l-askorbinowego (witaminy C).

Patent dodatkowy do patentu Nr 22321.

Zgłoszono 10 czerwca 1936 r.

Udzielono 31 maja 1937 r.

Pierwszeństwo: 26 listopada 1935 r. (Szwajcaria).

Najdłuższy czas trwania patentu do 26 października 1950 r.

Cenny pod względem fizjologicznym kwas l - askorbinowy został otrzymany niedawno syntetycznie z l - ksylosonu (= l - lyksozonu) przez działanie kwasem pruskim i następnie zmydlenie powstałego nitrylu za pomocą kwasów. Związek ten okazał się identycznym z substancją, spotykaną w naturze, a pod względem biologicznym — czynną witaminą C (Helvetica Chimica Acta 16, 1933, str. 1019).

Ten sposób nadaje się do zastosowania w bardzo ogólnym zakresie; dał on we wszystkich dotychczas poszukiwanych przypadkach odpowiednie 3 - keto - kwasy względnie ich bezwodniki. W szczególnym

przypadku otrzymywania kwasu l - askorbinowego wykazuje on jednak tę wadę, że potrzebny do tego celu materiał wyjściowy, l - ksyloson, otrzymać można tylko z wielkim trudem i w sposób kosztowny. W poszukiwaniu więc technicznie lepszej metody znaleziono inną drogę; według tej drogi kwas l - askorbinowy otrzymuje się w ten sposób, że kwas 2 - keto - l - gulonowy, ewentualnie po uprzednim zestryfikowaniu, traktuje się najpierw środkami alkalicznymi, odpowiednimi do enolizacji, a następnie — mocnymi kwasami. Zamiast uskuteczniania przemiany tej za pomocą środków alkalicznych, przemianę kwasu

2 - keto - l - gulonowego można przeprowadzić również przez ogrzewanie w środowisku kwaśnym (p. patent polski Nr 22 321). Ogrzewanie kwasu 2 - keto - l - gulonowego lub jego pochodnych, łatwo ulegających rozpadowi pod działaniem kwasów, może być przy tym przeprowadzone w roztworze wodnym lub alkoholowym.

Znaleziono obecnie, że przemiana kwasu 2 - keto - l - gulonowego i jego pochodnych, dających się łatwo rozszczepiać za pomocą kwasów, zachodzi szczególnie korzystnie, o ile odbywa się w obecności rozpuszczalników obojętnych, jako to chloroformu, dioksanu lub podobnych.

Przykład I. Do mieszaniny 200 części objętościowych chloroformu i 37,5 części objętościowych 94%-owego alkoholu etylowego wprowadza się 6 części wagowych gazowego chlorowodoru, następnie wprowadza się 100 części wagowych wodzianu kwasu dwuacetonu - 2 - keto - l - gulonowego i gotuje mieszając w ciągu 50 godzin pod chłodnicą zwrotną. Kwas dwuacetonu - keto - gulonowy z początku rozpuszcza się, po kilku godzinach jednak rozpoczyna się już wydzielanie kwasu askorbinowego trudno rozpuszczalnego w mieszaninie chloroformowo-alkoholowej. Po wymienionym czasie masę reakcyjną przesącza się i otrzymany osad przemywa mieszaniną chloroformu i alkoholu. Otrzymuje się 52 części wagowych kwasu askorbinowego, który wykazuje przy mianowaniu jodem stopień czystości = 96 — 97%. Wydajność wynosi zatem powyżej 80% wydajności teoretycznej. W ciemno zabarwionym ługu macierzystym zawarte są małe tylko ilości kwasu askorbinowego.

Przykład II. 35 części wagowych estru

metylowego kwasu 2 - keto - l - gulonowego gotuje się mieszając w ciągu 70 godzin w mieszaninie 80 części objętościowych chloroformu i 20 części objętościowych 15%-owego alkoholowego kwasu solnego. Otrzymuje się 20,5 części wagowych kwasu askorbinowego, który przy mianowaniu jodem wykazuje stopień czystości = 97,3%.

Przykład III. 20 części wagowych wodzianu kwasu dwuacetonu - 2 - keto - l - gulonowego rozpuszcza się w 60 częściach objętościowych dioksanu, dodaje 5 części objętościowych stężonego wodnego kwasu solnego i gotuje pod chłodnicą zwrotną. Po 3 godzinnym gotowaniu mianowanie roztworu jodem wykazuje, że utworzyło się już 65% teoretycznej ilości kwasu askorbinowego. Wydzielenie kwasu askorbinowego z roztworu dioksanu można osiągnąć przez odparowanie masy reakcyjnej w próżni i rozrobienie osadu alkoholem absolutnym lub przez wprowadzenie chloroformu do dioksanowego roztworu kwasu askorbinowego.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania kwasu l - askorbinowego według patentu Nr 22 321, znamienny tym, że kwas 2 - keto - l - gulonowy lub jego pochodne, łatwo rozszczepiające się pod działaniem kwasu, ogrzewa się w środowisku kwaśnym w obecności obojętnych rozpuszczalników.

F. Hoffmann - La Roche & Co.
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Inż. Cz. Raczyński,
rzecznik patentowy.