



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

224 905

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 25 06 82

(21) PV 4762 - 82

(51) Int. Cl.³ C 07 C 31/26

(40) Zverejnené 27 05 83

(45) Vydané 01 11 84

(75)
Autor vynálezu

KUBALA JOZEF ing.,
ČAPLOVIČ JÁN ing.,
ŠVEC JOZEF ing., BRATISLAVA

(54)

Spôsob prípravy l-deoxy-l-nitro-L-glucitolu a
l-deoxy-l-nitro-L-manitolu

Vynález sa týka spôsobu prípravy 1-deoxy-1-nitro-L-glucitolu a 1-deoxy-1-nitro-L-manitolu z L-arabinózy.

Tieto látky sú medziproduktami pri príprave L-glukózy a L-manózy. Vyrábajú sa pôsobením nitrometánu a metylátu sodného na L-arabinózu látku kratšiu o jeden uhlíkový atóm. Vzniká zmes sodných solí dvoch epimérnych aldóz, 1-deoxy-1-nitro-L-glucitol a 1-deoxy-1-nitro-L-manitol. Táto zmes sa rozpustí vo vode roztok sa zbaví sodných ionov na kolóne vymieňača kationov, eluát z kolóny sa zahustí a kryštalizáciou vznikajú produkty 45 až 50 % výťažku. [J.C.Sowden, H.O. Fischer, J.Am.Chem.Soc. 67.1963/1947]. Táto reakcia bola niekoľko krát modifikovaná avšak výťažok reakcie sa nezvýšil [J.C. Sowden., Adv.Carbohyd.Chem. 6,291 /1951].

Zistili sme, že sodné soli 1-deoxy-1-nitro-L-glucitol a 1-deoxy-1-nitro-L-manitol sa vo vodnom roztoku rozkladajú za vzniku východzej L-arabinózy. Tento rozklad začne prebiehať akonáhle sa sodné soli rozpustia vo vode a trvá pokiaľ celé množstvo roztoku nepretečie cez ionexovú kolónu. Vzniklá nižšia aldóza /L-arabinóza/, sťažuje kryštalizáciu a samozrejme znižuje výťažnosť reakcie. Navrhovaný spôsob prípravy 1-deoxy-1-nitro-L-glucitolu a 1-deoxy-1-nitro-L-manitolu zabraňuje uvoľneniu L-arabinózy a podstatne zvýši výťažnosť produktov.

Podstata vynálezu je, že sa zabráni rozkladu sodných solí 1-deoxy-1-nitro-L-glucitolu a 1-deoxy-1-nitro-L-manitolu na L-arabinózu tak, že sa sodné soli pred deionizáciou rozpustia v zriedenej kyseline octovej. Tento roztok sa podrobí deionizácii cez vymieňač kationov. Po zahustení eluátu z kolóny ionexu vykryštalizuje zmes 1-deoxy-1-nitro-L-glucitolu a 1-deoxy-1-nitro-L-manitolu okolo 70%, pričom neobsahuje žiadnu východziu L-arabinózu.

Výhodou navrhovaného spôsobu prípravy 1-deoxy-1-nitro-L-

-glucitolu a l-deoxy-l-nitro-L-manitolu je lepšia kryštalizácia nových produktov. Vzniklá reakčná zmes neobsahuje L-arabínózu, čím odpadne proces jej izolácie. Poskytuje prípravu výrobku o vysokej čistote a výťažku, čím sa zlacňuje spôsob prípravy.

Príklad 1

Zmes L-arabínózy /150 g/ sa mieša s roztokom metylátu sodného pripraveného rozpustením /31,5 g/ sodíka v /1350 ml/ metylalkoholu a s nitrometanom /540 ml/ pri 20°C po dobu 16 h.

Vylúčené sodné soli l-deoxy-l-nitro-L-glucitolu a l-deoxy-l-nitro-L-manitolu sa odfiltrujú, premyjú metylalkoholom /250 ml/ a rozpustia sa v 10% kyseline octovej /2000 ml/. Roztok sa deionizuje cez kolónu naplnenú ionomeničom /vymieňačom katiónov/

rozmeroch kolóny dĺžky 80 a priemeru 4 centimetre.

Eluát z kolóny sa zahustí na kašovitý zvyšok, ktorý sa riedi 96% etylalkoholom /600 ml/ a zmes sa ochladí na 0°C.

Vykryštalizuje 128 g zmesi l-deoxy-l-nitro-L-glucitolu a l-deoxy-l-nitro-L-manitolu. Po zahustení matečného lúhu a ďalšej kryštalizácie sa získa ďalších 16 g zmesi produktov. Celkove sa získa 144 g zmesi l-deoxy-l-nitro-L-glucitolu a l-deoxy-l-nitro-L-manitolu, ktoré neobsahujú žiadnu L-arabínózu. Výťažok na L-arabínózu je 68,5 %.

Vynález má rozsiahle využitie pri príprave l-deoxy-l-nitro-L-glucitolu a l-deoxy-l-nitro-L-manitolu, ktoré sú medziproduktami pri výrobe ťažko dostupných vzácnych sacharidov L-glukózy a L-manózy, ktoré sa používajú pri štúdiu biochemických pochodov a v medicíne.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

224 905

Spôsob prípravy l-deoxy-l-nitro-L-glucitolu a l-deoxy-l-nitro-L-manitolu z L-arabinózy sa vyznačuje tým, že sa zabráni uvoľňovaniu L-arabinózy tak, že sa sodné soli l-deoxy-l-nitro-L-glucitolu a l-deoxy-l-nitro-L-manitolu rozpustia v kyseline octovej a tento roztok sa podrobí deionizácii na vymieňači kationov kde sa uvoľnia voľné l-deoxy-l-nitro-L-glucitol a l-deoxy-l-nitro-L-manitol a kryštalizáciou sa získajú v 70 % výťažku.