



FEDERÁLNÝ ÚRAD
PRE VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

271 973

(21) PV 7597-88.I
(22) Prihlásené 21 11 88

(40) Zverejnené 14 03 90
(45) Vydané 23 09 91

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁵
C 07 H 23/00

(75) Autor vynálezu KUČÁR ŠTEFAN RNDr. CSc.,
KOZÁK JÁN RNDr.,
BIELY PETER RNDr. CSc., BRATISLAVA

(54) 4-Metylumbelliferyl-3,4-di-O-acetyl- β -D-
-xylopyranozid a spôsob jeho prípravy

(57) Riešenie sa týka novej zlúčeniny a spôsobu prípravy 4-metylumbelliferyl-3,4-di-O-acetyl- β -D-xylopyranozidu. Uvedeného účelu sa dosiahne tým, že na 4-metylumbelliferyl-2,3,4-tri-O-acetyl- β -D-xylopyranozid v prostredí pyridínu sa pôsobí hydrazínhydrátom po dobu 2 hodín a teplote 20 °C až 25 °C a z reakčnej zmesi sa pomocou chromatografickej separácie získajú 4-metylumbelliferyl-3,4-di-O-acetyl- β -D-xylopyranozid.
Riešenie má použitie najmä v základnom chemickom a biochemickom výskume sacharidov, najmä pri príprave komerčne zaujímavých 4-metylumbelliferyl- β -glykozidov oligosacharidov potenciálnych fluorogenných substrátov pre β -xylozidázy.

Vynález sa týka 4-metylbelliferyl-3,4-O-acetyl- β -D-xylopyranozidu a spôsobu jeho prípravy.

4-Metylbelliferyl- β -D-xylopyranozid (UMB- β -D-xylopyranozid) príp. jeho deriváty môžu nájsť uplatnenie ako fluorogenné substráty pre β -xylozidázy (EC 3.2.1.37). 4-Metylbelliferyl-3,4-di-O-acetyl- β -D-xylopyranozid je vhodným prekursorom pri príprave 4-metylbelliferyl- β -glykozidov oligosacharidov, potenciálnych substrátov pre β -D-xylozidázy xylobiázového alebo exo-xylanázového typu. Analogické deriváty glukózy, celobiózy a laktózy sa využívajú na detekciu a diferenciaciu celulolytických enzýmov (Van Tilbeurgh H., Claeysens M., De Bruyne C.K. FEBS Letters 149, 162 (1982); Van Tilbeurgh H., Claeysens M. FEBS Letters 178, 283 (1985); Biely P., Markovič O. Biotechnol. Appl. Biochem. 10, 99 (1988)).

4-Metylbelliferyl-3,4-di-O-acetyl- β -D-xylopyranozid, ktorý nebol doteraz v literatúre popísaný je predmetom tohto vynálezu. Podstata vynálezu spočíva tiež v pôsobení hydrazínhydrátu pri teplote 20 °C až 25 °C na 4-metylbelliferyl-2,3,4-tri-O-acetyl- β -D-xylopyranozid po dobu 2 hodín. Výťažok 4-metylbelliferyl-3,4-di-O-acetyl- β -D-xylopyranozidu v tejto reakcii je cca 27 %. Z vedľajších produktov, okrem ďalších di-O-acetyl derivátov 4-metylbelliferyl- β -D-xylopyranozidu, prevláda východzí 2,3,4-tri-O-acetyl derivát v cca 40 % zastúpení, ktorý po separácii je možné použiť na ďalšiu hydrozínolýzu.

Výhodou tohto postupu je jednoduchosť prevedenia a možnosť prípravy 4-metylbelliferyl-3,4-di-O-acetyl- β -D-xylopyranozidu v jednom reakčnom stupni.

Príklad 1

2,17 g 4-metylbelliferyl-2,3,4-tri-O-acetyl- β -D-xylopyranozidu sa rozpustí v 50 ml pyridínu a do reakčného roztoku sa pridá 1 ml hydrazínhydrátu. Výsledný reakčný roztok sa drží pri teplote 20 - 25 °C po dobu 2 hodín. Potom sa k nemu pridá 50 ml acetónu a po 2-hodinovom miešaní sa zahustí do sirupu. Separácia 4-metylbelliferyl-3,4-di-O-acetyl- β -D-xylopyranozidu z reakčnej zmesi sa uskutoční chromatografiou na kolone s náplňou silikagel v chromatografickej sústave octan etylový : benzén : hexán (6 : 2 : 2 objemových podielov). Získa sa 0,52 g (27 %) chromatograficky čistý 4-metylbelliferyl-3,4-di-O-acetyl- β -D-xylopyranozid o t.t. = 197 °C až 198 °C, $[\alpha]_D^{20} = -62,3^\circ$ (CH₂Cl₂).

Vynález môže nájsť uplatnenie pri syntéze komerčne zaujímavých 4-metylbelliferyl- β -glykozidov oligosacharidov ako potenciálnych fluorogenných substrátov pre β -xylozidázy.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. 4-Metylbelliferyl-3,4-di-O-acetyl- β -D-xylopyranozid.
2. Spôsob prípravy 4-metylbelliferyl-3,4-di-O-acetyl- β -D-xylopyranozidu podľa bodu 1 vyznačený tým, že sa pôsobí na 4-metylbelliferyl-2,3,4-tri-O-acetyl- β -D-xylopyranozid hydrazínhydrátom v pyridíne po dobu 2 hod., pri teplote 20 až 25 °C a po chromatografickej separácii sa získa čistý produkt.