



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

260 699

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 29 05 87
(21) PV 3952-87.B

(51) Int. Cl.⁴
C 07 H 3/02

(40) Zveřejněno 16 05 88
(45) Vydáno 1.11.1989

(75)
Autor vynálezu

SKÁLA LADISLAV RNDr. CSc., PRAHA

(54)

Způsob přípravy 1,6-anhydro- β -D-glukopyranosy
značené radioisotopem ^{14}C

Značený škrob, původem z fotoautotrofních organismů, s výhodou ze zelené řasy *Chlorella vulgaris* se pyrolýzuje, s výhodou při teplotě 350 až 450 °C, za tlaku 0,1 až 1 kPa, s výhodou po dobu nezbytnou ke zkarbonizování škrobu, načež se produkt izoluje ze vzniklého kapalného podílu.

Vynález řeší způsob přípravy 1,6-anhydro- β -D-glukopyranosy značené radioisotopem ^{14}C .

1,6-Anhydro- β -D-glukopyranosa je mimořádně synteticky užitečná látka, která je využitelná k přípravě řady jinak obtížně dostupných vzácnějších sacharidů a jejich derivátů /Černý M., Staněk J., Jr.: Advan. Carbohydr. Chem. and Biochem. 34, 23 /1977//.

Ve formě značené radioisotopem ^{14}C nebyla dosud v dostupné literatuře popsána.

Mohla by být využita k přípravě např. 2-substituovaných-2-deoxyderivátů D-glukosy a 3-substituovaných-3-deoxyderivátů D-glukosy, D-mannosy a D-galaktosy značených radioisotopem ^{14}C , stejně jako by mohla být zdrojem odpovídajících 2-deoxy- a 3-deoxyaldos.

Neznačenou 1,6-anhydro- β -D-glukopyranosu /tzv. levoglukosan/ lze připravit pyrolýzou škrebu nebo celulosy za sníženého tlaku /Pictet A., Sarasin J.: Helv. Chim. Acta 1, 87 /1918/, Gardiner D.: J. Chem. Soc. 1966, 1473/ a byla popsána mezi produkty pyrolýzy D-glukosy a různých oligo- a polysacharidů /Dimler R.J., Davis H.A., Hilbert G.E.: J. Amer. Chem. Soc. 68, 1377 /1946/, Dimler R.J.: Advan. Carbohydr. Chem. 7, 37 /1952/, Bryce D.J., Greenwood C.T.: Stärke 17, 275 /1965/, Thompson A., Wolfrem M.L.: J. Amer. Chem. Soc. 80, 6618 /1958// a mezi produkty po zahřívání methylo- α -D-glukopyranosidu v dimethylsulfoxidu /Fischer M.H.: Carbohydr. Res. 8, 354 /1968//.

Jiný způsob přípravy 1,6-anhydro- β -D-glukopyranosy využívá alkalickou hydrolýzu fenyl tetra-O-acetyl- β -D-glukopyranosidu /Coleman G.H.: Methods Carbohydr. Chem. 2, 397 /1963//.

Ekonomicky nejvýhodnější je pyrolýza škrobu, kterou se v praxi dosahují výtěžky kolem 25 % /Ward R.B.: Methods Carbohydr. Chem. 2, 394 /1963//. Při vyšších navážkách škrobu /nad 200 g/ se výtěžky 1,6-anhydro- β -D-glukopyranosy rychle snižují. Rovněž vlhkost škrobu nepříznivě ovlivňuje výtěžnost.

Příprava 1,6-anhydro- β -D-glukopyranosy, značené radioisotopem ^{14}C , by vyžadovala jako výchozí materiál značený škrob. Jeho výhodným zdrojem jsou fotoautotrofní organismy, např. zelená řasa *Chlorella vulgaris* /AO 121 808/.

Při pyrolýze by bylo možné vycházet z řádově miligramových množství značeného škrobu, což by umožnilo jeho účinnější vysušení a zejména účinnější pyrolýzu.

Z těchto skutečností vychází navrhovaný způsob přípravy 1,6-anhydro- β -D-glukopyranosy značené radioisotopem ^{14}C , jehož podstata spočívá v tom, že se značený škrob původem z fotoautotrofních organismů, s výhodou ze zelené řasy *Chlorella vulgaris*, pyrolýzuje, s výhodou při teplotě 350 až 450 °C, za tlaku 0,1 až 1,0 kPa, s výhodou po dobu nezbytnou ke zkarbonizování škrobu, načež se produkt izoluje ze vzniklého kapalného podílu.

Výhoda tohoto způsobu přípravy 1,6-anhydro- β -D-glukopyranosy značené radioisotopem ^{14}C spočívá v tom, že

- využívá relativně dostupnou a ekonomicky výhodnou výchozí surovinu,
- umožňuje radiochemické výtěžky cca 30 %.

Příklad

280 699

Lyofilizovaný $[U-^{14}C]$ škrob /178 MBq; 3,2 mg/, izolovaný ze zelené řasy *Chlorella vulgaris* Beijerinck kultivované v atmosféře $[^{14}C]O_2$, byl pyrolýzován ve skleněné aparatuře na jedno použití, sestávající z trubičky na jednom konci zatavené a rozšířené v baničku /v této části byl umístěn vzorek/, dále přecházející do tvaru U /v této části, která byla chlazená ledem, byl zachycen kapalným pedílem po pyrolýze/ a na druhém konci napojené na zdroj vakua /olejová vývěva/.

Vzorek škrobu byl zahříván plamenem plynového kahanu tak, aby teplota v místě záhřevu dosahovala 380 až 420 °C, současně byl tlak v aparatuře udržován na hodnotách 0,5 až 0,6 kPa. Pyrolýza byla prováděna tak dlouho, až byl vzorek škrobu zkarbonizován.

U-Trubice ze zachyceným kapalným pedílem, který přešel v nálet, byla odříznuta, její obsah vyluhován ethanolem a v roztoku zjištěno množství radioaktivity odpovídající 78,7 MBq /44 %/.

Kapalným pedílem byl dále analyzován papírovou chromatografií v soustavách 1-butanol - ethanol - voda /52:33:15/, 1-butanol - pyridin - voda /6:4:3/ a 1-butanol - kyselina octová - voda /4:1:5/ proti standardu neznámé 1,6-anhydru- β -D-glukopyranosy a zjištěn průměrný obsah 69 % 1,6-anhydru- β -D- $[U-^{14}C]$ glukopyranosy, tj. 30,5 % na výchozí $[U-^{14}C]$ škrob.

Preparativní papírovou chromatografií v soustavě 1-butanol - pyridin - voda /6:4:3/ bylo izolováno 44,6 MBq /25 %/ 1,6-anhydru- β -D- $[U-^{14}C]$ glukopyranosy.

P R Ě D M Ě T · V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy 1,6-anhydru- β -D-glukopyranosy značené radioisotopem ^{14}C , vyznačený tím, že se značený škrob původem z fotoautotrofních organismů, s výhodou ze zelené řasy *Chlorella vulgaris*, pyrolýzuje, s výhodou při teplotě 350 až 450 °C, za tlaku 0,1 až 1 kPa, s výhodou po dobu nezbytnou ke zkarbonizování škrobu, načež se produkt izoluje ze vzniklého kapalného pedílu.

Vytiskly Moravské tiskařské závody,
střed. 11 100, tř.Lidových milicí 3, Olomouc

Cena: 2,40 Kčs