



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

224 904

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 25 06 82

(21) PV 4763 - 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 1-deoxy-1-nitro-L-talitolu a
1-deoxy-1-nitro-L-galaktitolu

Vynález sa týka spôsobu prípravy 1-deoxy-1-nitro-L-talitolu a 1-deoxy-1-nitro-L-galaktitolu z L-lyxózy.

Príprava 1-deoxy-1-nitro-alditolov sa uskutočňuje pomocou nitrometanovej syntézy. Táto sa prevádza tak, že sa pôsobí nitrometánom a metylátom sodným na aldózu kratšiu o jeden uhlíkový atóm. Vzniká zmes sodných solí dvoch epimérnych 1-deoxy-1-nitro-alditolov. Táto zmes sa rozpustí vo vode a roztok sa zbaví sodných iónov na kolóne vymieňača kationov eluát z kolóny sa zahustí a z alkoholického roztoku sa získajú kryštalické látky 45 až 50% výťažku. [J.C.Sowden, H.O.L. Fischer, J.Am.Chem.Soc. 67,1963/1947//. Táto reakcia bola niekoľkokrát preskúmaná za účelom zvýšenia výťažnosti produktov ale bez úspechu. [H.H.Baer, Adv. Carbohydr.Chem.Biochem. 24, 67 /1969/; J.C.Sowden, Adv.Carbohydr.Chem. 6, 291 /1951//.

Zistili sme, že sodné soli 1-deoxy-1-nitro-L-talitolu a 1-deoxy-1-nitro-L-galaktitolu sa vo vodnom roztoku rozkladajú za vzniku L-lyxózy. 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-lyxóza/, zťažuje kryštalizáciu a samozrejme znižuje výťažnosť reakcie. Uvedení autori pokladali prítomnosť L-lyxózy za nezreagovaný zbytok východzej látky. Navrhovaný spôsob prípravy 1-deoxy-1-nitro-L-talitolu a 1-deoxy-1-nitro-L-galaktitolu zabraňuje uvoľneniu L-lyxózy a podstatne zvýši výťažnosť produktov, ktoré sú medziproduktami pri príprave L-talózy a L-galaktózy.

Podstata vynálezu je, že sa zabráni rozkladu sodných solí 1-deoxy-1-nitro-L-talitolu a 1-deoxy-1-nitro-L-galaktitolu na L-lyxózu 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 io-

nexu vykryštalizuje zmes l-deoxy-l-nitro-L-talitolu a l-deoxy-l-nitro-L-galaktitolu okolo 70 %, pričom neobsahuje žiadnu východziu L-lyxózu.

Výhodou navrhovaného spôsobu prípravy l-deoxy-l-nitro-L-talitolu a l-deoxy-l-nitro-L-galaktitolu je lepšia kryštalizácia nových produktov. Vzniklá reakčná zmes neobsahuje L-lyxózu, čím odpadne proces jej izolácie. Poskytuje prípravu výrobku o vysokej čistote a výťažku, čím sa zlacňuje spôsob prípravy.

Príklad 1

Zmes L-lyxózy /50 g/ sa mieša s roztokom metylátu sodného pripraveného rozpustením /10,5 g/ sodíka /450 g/ metylalkoholu a s nitrometanom /180 g/ pri 20°C po dobu 16 hodín. Vylúčené sodné soli l-deoxy-l-nitro-L-talitolu a l-deoxy-l-nitro-L-galaktitolu sa odfiltrujú, premyjú metylalkohom /100 ml/ a rozpustia v 10% kyseline octovej /650 ml/. Roztok sa deionizuje cez kolónu naplnenú ionexom /vymieňačom kationov/ o rozmeroch kolóny dĺžky 60 a priemeru 4 centimetre. Eluát z kolóny sa zahustí na kašovitý zvyšok, ktorý sa rozpustí za varu v 96% etylalkohole /200 ml/. Po ochladení roztoku na 0°C vykryštalizuje 39 g zmesi l-deoxy-l-nitro-L-talitolu a l-deoxy-l-nitro-L-galaktitolu. Po ďalšej kryštalizácii matečného lúhu sa získa ďalších 10 g produktu. Celkove sa získalo 49 g zmesi l-deoxy-l-nitro-L-talitolu a l-deoxy-l-nitro-L-galaktitolu, ktoré neobsahovali žiadnu L-lyxózu. Výťažok na L-lyxózu je 70%.

Vynález má rozsiahle využitie pri príprave l-deoxy-l-nitro-L-talitolu a l-deoxy-l-nitro-L-galaktitolu, ktoré sú medziproduktom pri príprave L-talózy, L-galaktózy, 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

224 904

Spôsob prípravy l-deoxy-l-nitro-L-talitolu a l-deoxy-l-nitro-L-galaktitolu z L-lyxózy sa vyznačuje tým, že sa zabráni uvoľňovaniu L-lyxózy tak, že sa sodné soli l-deoxy-l-nitro-L-talitolu a l-deoxy-l-nitro-L-galaktitolu rozpustia v kyseline octovej a tento roztok sa podrobí deionizácii na vymieňači kationov kde sa uvoľnia voľné l-deoxy-l-nitro-L-talitol a l-deoxy-l-nitro-L-galaktitol a kryštalizáciou sa získajú v 70 % výťažku.