



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

259795

(11) B₁

(51) Int. Cl.⁴

C 08 B 11/16

(61)

(23) Výstavní priorita

(22) Přihlášeno 30. 10. 86

(21) PV 7881-86.R

(40) Zveřejněno 15. 03. 88

(45) Vydáno 10. 05. 89

(75)

Autor vynálezu

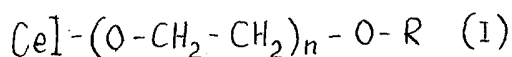
GAVLÍK JOSEF,

TOKAR OLDŘICH, ÚSTÍ NAD LABEM

(54)

Fenylether perlové celulosy a způsob jeho přípravy

Řešení spadá do oblasti makromolekulární chemie a týká se přípravy fenyletheru perlové celulosy jako sorbentu pro účely hydrofobní interakční chromatografie eventuálně jako meziprodukt pro další přeměny. Dosud připravované sorbenty na bázi aganosy a dextranu (firma Pharmacia FINE-CHEMICAL Ltd., Švédsko) vykazují nízkou mechanickou pevnost. Fenylether perlové celulosy má vysokou mechanickou pevnost při zachování makroporézního charakteru matrice. Fenylether perlové celulosy podle obecného vzorce I, kde Cel je zbytek perlové celulosy, n je 0 nebo 1, R je fenylový radikál se připraví tak, že se tosylát perlové celulosy nebo tosylát hydroxyalkylderivátu perlové celulosy nechá reagovat s fenolem v prostředí vody, organického rozpouštědla neomezeně mísitelného s vodou a nebo jejich směsí s výhodou zahrnující etanol, aceton, 1,4-dioxan za přítomnosti hydroxidu alkalického kovu při 40 až 100 °C po dobu 1 až 7 hodin.

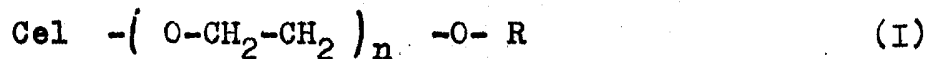


Vynález se týká fenyletheru perlové celulosy a způsobu jeho přípravy.

Sorbenty s fenoxyskupinami se používají k hydrofobní interakční chromatografii proteinů. Mezi nejvíce používané typy sorbentů pro hydrofobní interakční chromatografii patří Phenyl-Sepharose CL-4B a Octyl-Sepharose CL-4B připravované reakcí Sepharosy CL-4B s příslušným glycidyletherem. Bylo též použito sorbentu připraveného reakcí celulosy, aktivované 1-chlor-2,3-epoxypropanem (čs. autorské osvědčení č. 251520).

Připravované sorbenty jsou dostupné pouze na bázi agarosy a dextranu (uvádí je firma Pharmacia FINE-CHEMICAL Ltd. Švédsko). Tyto sorbenty však vykazují nízkou mechanickou pevnost, což je na závalu pro použití ve velkých kolonách.

Tento nedostatek odstraňuje vynález, jehož předmětem je fenylether perlové celulosy obecného vzorce:



kde Cel je zbytek perlové celulosy,

n je 0 nebo 1,

R je fenyl

a způsob jeho přípravy, který spočívá v tom, že tosylát perlové celulosy nebo tosylát hydroxyalkylderivátu perlové ce-

lulosy reaguje s fenolem v prostředí vody, organického rozpouštědla neomezeně mísitelného s vodou, nebo jejích směsí, s výhodou vybraného ze skupiny zahrnující etanol, aceton, 1,4-dioxan, v přítomnosti hydroxidu alkalického kovu při 40 až 100 °C po dobu 1 až 7 hodin.

Výchozí tosylát perlové celulosy nebo její hydroxyalkyl-derivát se připraví podle AO 212 131.

Další výhodou tohoto sorbentu a způsobu jeho přípravy podle vynálezu je především vysoká mechanická pevnost sorbentu při zachování makroporézního charakteru matrice.

Fenylether perlové celulosy podle vynálezu se používá jako sorbent pro hydrofobní interakční chromatografii, případně jako meziprodukty pro další přeměny.

Příklad 1

100 g odsátého tosylderivátu perlové celulosy (obsahující 77,61 % hmot. vody a 2,18 mmol tosylových skupin/g sušiny) se rozmíchá ve 200 ml etanolu, přidá se 2,15 g hydroxidu sodného rozpuštěného v 50 ml vody a směs se míchá 3 hodiny. Potom se produkt odsaje a promyje několikrát acetonem. Získaný fenylether perlové celulosy obsahuje 1,983 mmol fenoxyskupin/1 g sušiny.

Příklad 2

Ke 100 g odsátého tosylderivátu perlové hydroxyethylcelulosy (obsahujícího 66,71 % hmot. vody a 1,375 mmol tosylových skupin/g sušiny) se po rozmíchání ve 200 ml acetonu přidá 1,9 g hydroxidu draselného rozpuštěného ve 20 ml vody a 4,74g fenolu. Směs se vyhřeje na 50 °C a při této teplotě se míchá 5 hodin. Potom se produkt odsaje a promyje acetonem. Získaný fenylether perlové hydroxyethylcelulosy obsahuje 0,873 mmol vázaného fenolu / 1g sušiny.

Příklad 3

100 g odsátého hydroxyetyltosylátu perlové celulosy (obsahujícího 66,71 % hmot. vody a 1,375 mmol tosylových skupin /lg sušiny) se rozmíchá ve 200 ml 1,4-dioxanu s přísadkem 2,0 g hydroxidu sodného rozpuštěného v 5 ml vody.

Po 15 min. míchání se ke směsi přidá 4,74 g fenolu a suspenze se vyhřeje na 100 °C. Při této teplotě se míchá 1 hodinu. Produkt se odsaje a promyje vodou.

Získaný fenylether perlové hydroxyetylcelulosy obsahuje 1,105 mmol fenoxyskupin/lg sušiny.

Příklad 4

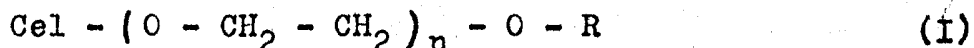
Směs 100 g odsátého tosylátu perlové celulosy (obsahujícího 77,61 % hmot. vody a 2,183 mmol tosylových skupin/lg sušiny, 190 ml vody, ve které bylo rozpuštěno 2,15 g hydroxidu sodného a 5,1 g fenolu se zahřívá za míchání na 40 °C po dobu 7 hodin. Produkt se odsaje a promyje vodou.

Získaný fenylether perlové celulosy obsahuje 1,517 mmol fenoxyskupin/lg sušiny.

Obsah fenoxyskupin v fenyletheru perlové celulosy se stanoví po hydrolýze kyselinou bromovodíkovou jako fenol a to buď spektrofotometricky jako indofenolové či 4-aminoantipyrinové barvivo, nebo bromačně.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Fenylether perlové celulosy obecného vzorce



obsahuje Cel jako zbytek perlové celulosy,

n je 0 nebo 1,

R je fenylový radikál

2. Způsob přípravy fenyletheru perlové celulosy obecného vzorce podle bodu 1, vyznačený tím, že se tosylát perlové celulosy nebo tosylát hydroxyalkylderivátu perlové celulosy nechá reagovat s fenolem v prostředí vody, organického rozpouštědla neomezeně mísitelného s vodou a nebo jejich směsi s výhodou vybrané ze skupiny zahrnující etanol, aceton, 1,4-dioxan za přítomnosti hydroxidu alkalického kovu při 40 až 100 °C po dobu 1 až 7 hodin.