

# KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

RAZRED 12 (5).

IZDAN 1 NOVEMBRA 1940

## PATENTNI SPIS ŠT. 16210

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt a. M., Nemčija.

Postopek prevedbe vitamina D<sub>3</sub> v lahko odločljivo, stabilno obliko.

Prijava z dne 10. julija 1939.

Velja od 1. januarja 1940.

Naznačena prvenstvena pravica z dne 11. julija 1938 (Nemčija).

Tudi če imamo vitamin D<sub>3</sub> v skoro čisti obliki, ga le težavno dovedemo do kristalizacije in ga zato ne moremo lahko pridobiti v čistem kristaliziranem stanju. Pri kristalizaciji nastaja poleg tega stalno v menjajočih se množinah, tako da dobimo deloma samo zmerne izkupičke.

Našli so, da dobimo vitamin D<sub>3</sub> lahko in s skoro teoretičnim izkupičkom v kristalizirani obliki, če pripravimo dvojne spojine s sterini. V ta namen zadamo raztopino vitamina D<sub>3</sub>, na primer v acetonu, methanolu ali alkoholu, z ekvivalentno množino sterina, na primer cholesterolina, ter segrevamo raztopino dokler se sterin popolnoma ne raztopi. Pri ohlajenju, eventualno po dodatku nekoliko vode, nastopi po kratkem stanju hitra izdatna kristalizacija. Po nekaj urah se je dvojna spojina skoro kvantitativno odločila in jo moremo izolirati z odsesanjem in naknadnim pranjem na običajen način. Dvojne spojine vitamin-D<sub>3</sub>-sterinov so obstojne tvarine in se lahko prekristalizirajo iz prikladnih topil brez izpremembe.

Predležeci postopek se lahko uporabi pri vitaminu D<sub>3</sub> poljubnega izvora, na primer kakršnega dobimo z obsevanjem 7-dehydrocholesterina (provitamin D<sub>3</sub>).

Preizkušnja novih dvojnih spojin vitamin-D<sub>3</sub>-sterina je presenetljivo pokazala, da imamo vitamin D<sub>3</sub> v teh spojinah v obliki, v kateri je znatno manj občutljiv napram oxydaciji, kakor prosti vitamin D<sub>3</sub>. Vitamin-ki učinek pa se je ohranil v polni meri in ustreza vsebnosti vitamina D<sub>3</sub>.

Manjša občutljivost napram oxydaciji tovrstnih dvojnih spojin omogoča tedaj lažje ravnanje z vitaminom D<sub>3</sub>. Tako jih na primer lahko shranimo oziroma uporabimo brez posebnih varnostnih ukrepov.

Primer 1:

15 g vitamin-D<sub>3</sub>-dinitrobenzoata segrevamo 10 minut do vrenja s 45 cm<sup>3</sup> 10%-nega methylalkoholičnega kalijevega luga. Po ohlajenju razredčimo raztopino razmijanja z dvojnimi volumenom vode in ekstrahiramo prosti vitamin D<sub>3</sub> z aethrom. Aethrov ekstrakt po osušenju preko natrium-sulfata uparimo v vakuumu. Preostanek raztopimo v 150 cm<sup>3</sup> acetona, ga zadamo z 9,5 g cholesterolina in segrevamo do vrenja dokler se vse raztopi. Še toplo raztopino acetona zadamo z vodo, da postane motna. Po kratkem stanju prične odločitev dvojne spojine vitamina D<sub>3</sub> in cholesterolina. Po približno 5 urah kristalizat odfiltriramo, ga operemo z methanolom in posušimo na zraku. Predstavlja fine igle tališča 118—119°C. Izkupiček znaša 90—95% teoretičnega. Dvojna spojina kaže specifično moč sukanja.  $[\alpha]_D = +25,25^\circ$  v acetonu.

Če nadomestimo v gornjem primeru cholesterolin s cholestanolom, dobimo dvojno spojino sličnih lastnosti, ki ima tališče 116°C ter specifično moč sukanja  $[\alpha]_D = +55,5^\circ$  v acetonu.

Primer 2:

35 g produkta obsevanja oproščenega od nespremenjenega 7-dehydrocholesterina raztopimo v 100 cm<sup>3</sup> acetona, zadamo z

12 g holesterina in segrevamo do vrenja, dokler se vse ne raztopi. Pri ohlajenju se odloči dvojna spojina vitamina D<sub>3</sub> s holesterinom v finih iglah, ki se po potrebi lahko čistijo s prekrystaliziranjem iz aceton-vode. Tališče je 118—119°.

### Patentna zahteva:

Postopek prevedbe vitamina D<sub>3</sub> v lahko odločljivo, stabilno obliko, označen s tem, da pripravimo dvojne spojine vitamina D<sub>3</sub> s sterini oziroma derivati sterinov.