

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

93994

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 26.07.75 (P. 182327)

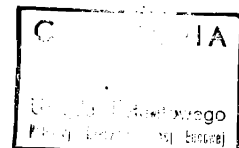
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 05.06.76

Opis patentowy opublikowano: 31.12.1977

MKP A61k 27/14
C07g 5/00

Int. Cl.². A61K 35/78
C07G 5/00



Twórcy wynalazku: Feliks Kaczmarek, Maria Adamska, Tadeusz Żaba,
Bożena Furmańska, Janina Skrzypczak

Uprawniony z patentu tymczasowego: Instytut Przemysłu Zielarskiego,
Poznań (Polska)

Sposób otrzymywania sekuryminy z ziela siekierzycy półkrzewiastej *Securinega suffruticosa* (Pall. Rehd.)

Dziedzina techniki. Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania z ziela siekierzycy półkrzewiastej (*Securinega suffruticosa* (Pall. Rehd.)) sekuryminy, alkaloidu, wykazującego działanie pobudzające na ośrodkowy układ nerwowy, podobne do strychniny, stosowanego w leczeniu zaburzeń motorycznych, niedowładu i paraliżu po chorobie Heinego-Medina itp.

Stan techniki. Znany jest z opisu patentowego Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 3538103 sposób otrzymywania sekuryminy, polegający na ekstrakcji ziela siekierzycy półkrzewiastej wodą, alkalizowaniu wyciągu wodnego amoniakiem, wyczerpywaniu alkaloidów dwuchloroetanem, ekstrahowaniu alkaloidów z roztworu dwuchloroetanu za pomocą kwasu siarkowego, traktowaniu ekstraktu kwasu siarkowego za pomocą węgla aktywnego i azotynu sodowego, strąceniu alkaloidów przez zalkalizowanie amoniakiem i rozpuszczenie strąconych alkaloidów w dwuchloroetanie, przepuszczenie roztworu dwuchloroetanu przez tlenek glinu i krystalizację z dwuchloroetanu. Uzyskany w ten sposób produkt wykazał temperaturę topnienia 135–137°C.

Sposób ten wykazuje szereg niedogodności, polegających na konieczności stosowania wielu operacji technologicznych i na zużywaniu dużych ilości dwuchloroetanu.

Celem wynalazku jest obniżenie kosztów otrzymywania sekuryminy przez zmniejszenie ilości koniecznych operacji technologicznych i zmniejszenie ilości rozpuszczalników organicznych, dalej zwiększenie wydajności procesu oraz poprawienie jakości uzyskanej sekuryminy.

Istota wynalazku i skutki techniczne. Istota wynalazku polega na ekstrakcji suchego, rozdrobnionego surowca (liści lub ziela) siekierzycy półkrzewiastej wodą, zakwaszoną kwasem nieorganicznym lub organicznym, najlepiej 2% kwasem siarkowym, do pełnego wyczerpania alkaloidów. Kwaśny wyciąg po przesączeniu alkalinizuje się do wartości pH = 7–10, najlepiej wodą amoniakalną do wartości pH = 8,5. Następnie wyczerpuje się alkaloidy z zasadowego wyciągu za pomocą chlórówcopochodnych węglowodorów alifatycznych, najlepiej chloroformu lub za pomocą węglowodorów aromatycznych. Z fazy organicznej, po dokładnym jej oddzieleniu od fazy wodnej, osuszeniu i przesączeniu, odpędza się rozpuszczalnik pod zmniejszonym ciśnieniem.

Pozostałość, stanowiącą surową sekuryninę, przekrystalizowuje się dwukrotnie z alkoholu lub uwodnionego alkoholu, zawierającego jeden do trzech atomów węgla, najlepiej z 70% obj. etanolu, co pozwala uzyskać końcowy produkt o dużej czystości.

Sposób według wynalazku pozwala na obniżenie kosztów otrzymywania sekuryminy przez zmniejszenie ilości podstawowych operacji technologicznych do trzech (ekstrakcja surowca zakwaszoną wodą, ekstrakcja zalkalizowanego wyciągu za pomocą rozpuszczalnika organicznego i krystalizacja). Sposobem według wynalazku uzyskuje się również zmniejszenie ilości rozpuszczalników organicznych o około 50% oraz poprawienie jakości uzyskanej sekuryminy, wykazującej temperaturę topnienia 141–143°C.

Przykład. 750 kg powietrznie suchego ziela siekierzycy półkrzewiastej, zawierającego 0,25% sekuryminy, rozdrobniono przez pokrojenie (grubość cięcia 5 mm) i ekstrahowano przeciwnieprądowo w baterii z sześciu ekstraktorów za pomocą 2% roztworu kwasu siarkowego, w temperaturze około 21°C. Wodny wyciąg alkaloidowy zalkalizowano 25% wodą amoniakalną do wartości pH = 8,5. Z zalkalizowanego wyciągu wodnego ekstrahowano alkaloidy chloroformem wyczerpująco na kolumnie pulsacyjnej w stosunku objętościowym wyciągu wodnego do chloroformu, jak 2:1. Uzyskany chloroformowy ekstrakt alkaloidowy osuszono bezwodnym siarczanem sodowym, przesączono i odpędzono rozpuszczalnik pod zmniejszonym ciśnieniem, uzyskując surową sekuryninę w postaci brązowej, częściowo krystalicznej masy, którą przekrystalizowano dwukrotnie z 70% obj. etanolu. Uzyskano 1,15 kg jasnożółtej, lewoskrętnej, krystalicznej sekuryminy o t.t. 141–143°C; $[\alpha]_D^{20} = -1098$ ($c = 0,25$; CHCl_3)).

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania sekuryminy z ziela siekierzycy półkrzewiastej (*Securinea suffruticosa* (Pall. Rehd), z n a m i e n n y t y m, że rozdrobniony surowiec ekstrahuje się wodą, zakwaszoną kwasem nieorganicznym lub organicznym, korzystnie 2% roztworem wodnym kwasu siarkowego, po przesączeniu kwaśny wyciąg alkalinizuje się do wartości pH = 7–10, korzystnie wodą amoniakalną do wartości pH = 8,5, następnie wyczerpuje się alkaloidy z zasadowego wyciągu za pomocą chlorowcopochodnych węglowodorów alifatycznych, korzystnie chloroformu lub za pomocą węglowodorów aromatycznych, po czym po oddzieleniu i osuszeniu fazy organicznej odpędza się z niej rozpuszczalnik pod zmniejszonym ciśnieniem, a pozostałość stanowiącą surową sekuryninę, przekrystalizowuje się dwukrotnie z alkoholu lub uwodnionego alkoholu, zawierającego jeden do trzech atomów węgla, korzystnie z 70% obj. etanolu.