

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

140 229

Patent dodatkowy
do patentu —

Zgłoszono: 83 01 27 (P. 240311)

Pierwszeństwo —

Zgłoszenie ogłoszono: 84 08 13

Opis patentowy opublikowano: 88 01 30

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Miasta Warszawskiej Izowej

Int. Cl.⁴ C07G 5/00

Twórcy wynalazku: Leon Jusiak, Anna Rompała, Jerzy Kuczyński

Uprawniony z patentu: Akademia Medyczna, Lublin (Polska)

SPOSÓB SELEKTYWNEJ IZOLACJI ALKALOIDÓW Z SUROWCÓW ROŚLINNYCH Z ZASTOSOWANIEM EKSTRAHENTÓW OCTANOWYCH

Przedmiotem wynalazku jest sposób izolacji alkaloidów z surowców roślinnych z zastosowaniem ekstrahentów octanowych, umożliwiający selektywny rozdział wyciągu alkaloidowego. Jedną z metod wyodrębniania alkaloidów z surowców roślinnych jest ekstrakcja surowca roślinnego wodnymi roztworami niższych kwasów tłuszczowych, zwłaszcza octowego lub jego chlorowcopochodnych, co znane jest z opisu patentowego PRL nr 128 211 lub mieszaniną kwasu octowego i jego chlorowcopochodnych - opis patentowy PRL nr 136 380. Następnie zawartą w kwaśnym wyciągu wodnym mieszaninę alkaloidów reekstrahuje się przeciwprądowo chlorowcopochodnymi węglowodorów alifatycznych, korzystnie chloroformem. Po przemyciu i odparowaniu chloroformu otrzymuje się mieszaninę występujących w roślinie alkaloidów o wysokiej czystości. Pewną niedogodnością opisaney metody jest niepełna ekstrakcja alkaloidów - silniejszych zasad, które częściowo pozostają w kwaśnej fazie wodnej i nie przechodzą do chloroformu.

Znacznym udoskonaleniem jest znany z opisu patentowego PRL nr 131 874 bezściekowy sposób wyodrębniania mieszaniny alkaloidów z surowców roślinnych polegający na zastosowaniu do ekstrakcji surowca roślinnego wodnego roztworu buforu octanowego. Zapewniło to pełną ekstrakcję wszystkich alkaloidów do fazy wodnej niezależnie od ich właściwości i ilościowego składu, jak i całkowitą reekstrację do chloroformu, po odparowaniu którego otrzymano jednak wyłącznie mieszaninę zespołu alkaloidowego występującego w surowcu bez ich rozdziału.

Obecnie w toku prowadzonych badań stwierdzono, że można uzyskać wyciąg zróżnicowany jakościowo - częściowo rozdzielony - jeżeli wyciąg alkaloidowy z surowca roślinnego otrzymany przy pomocy ekstrahentów octanowych podda się przeciwprądowej reekstracji odpowiednio dobranym rozpuszczalnikiem organicznym, a wypływający z przeciwprądu ekstrakt organiczny odbierać się będzie odrębnymi frakcjami o objętości wyznaczonej doświadczalnie znanymi metodami analizy chromatograficznej.

Istota sposobu według wynalazku oparta jest na spostrzeżeniu, że alkaloidy z fazy wodnej do organicznej nie przechodzą wszystkie na raz, lecz w sposób selektywny i możliwe jest ich odbieranie pojedynczo lub grupami, odpowiednimi objętościami frakcji. Według wynalazku, rozdrobniony surowiec roślinny poddaje się znanym sposobom maceracji i ekstrakcji w przeciwprądzie wodnymi roztworami kwasu octowego lub jego chlorowcopochodnej lub obu razem ewentualnie odpowiednio zbuforowanych, o stężeniu 0,01 - 2 molowych w przeliczeniu na jon octanowy, następnie otrzymany wodny wyciąg kontaktuje się przeciwprądowo z reekstrahentem organicznym, zwłaszcza chlorowcopochodnymi węglowodorów alifatycznych, korzystnie z chloroformem, a wypływający z przeciwprądu wyciąg organiczny odbiera się frakcjami o określonej objętości, przy czym objętości frakcji i rodzaj reekstrahenta organicznego wyznacza się doświadczalnie dla danego surowca znanymi metodami analizy chromatograficznej, w ten sposób, że analizuje się jakościowy skład frakcji. Z otrzymanych frakcji, po odparowaniu fazy organicznej, uzyskuje się począwszy od frakcji drugiej, pojedyncze alkaloidy lub grupy alkaloidów o wysokiej czystości. Jak stwierdzono, zanieczyszczenia towarzyszące zwykłym wyciągom gromadzą się w pierwszej, o niewielkiej objętości frakcji organicznej. Istotę wynalazku wyjaśniają bliżej nie ograniczając jego zakresu poniższe przykłady:

P r z y k ł a d I. 1 część wagową rozdrobnionego korzenia glistnika o zawartości 2% zespołu alkaloidowego, maceruje się i ekstrahuje przeciwprądowo 10 częściami wagowymi 0,1 molowego kwasu octowego w temperaturze 45°C, a następnie reekstrahuje się w przeciwprądzie 10 częściami chloroformu odbierając frakcje chloroformowe po: 0,6 cz., 4 cz., 2 cz., 1 cz., 2 cz., 0,4 cz. Frakcje zawierają kolejno: 1-sza - zanieczyszczenia + oksysangwinarynę + oksychelidoninę; 2-ga - chelidoninę + homochelidoninę + chelirubinę + chelilutynę; 3-cia - sangwinarynę + chelidoninę + chelerytrynę + protopinę; 4-ta - protopinę + allekryptopinę; 5-ta - allokryptopinę + koptyzynę + berberynę.

P r z y k ł a d II. 1 część wagową ziela barwinka maceruje się i przeciwprądowo ekstrahuje 15 częściami wodnego roztworu zawierającego kwas octowy o stężeniu 0,09 mola i kwas trójchlorooctowy o stężeniu 0,01 mola w temperaturze 40°C, a następnie otrzymany roztwór reekstrahuje się w przeciwprądzie 10 częściami chloroformu odbierając frakcje chloroformowe po: 1,5 cz., 2 cz., 1,5 cz., 5 cz. Chromatograficzna analiza wykazała, że frakcje zawierają kolejno: 1-sza - zanieczyszczenia + trzy substancje alkaloidowe w tym minowinciny; 2-ga - trzy substancje alkaloidowe w tym wincamina; 3-cia - dwie substancje alkaloidowe w tym wincina; 4-ta - 9 substancji alkaloidowych.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób selektywnej izolacji alkaloidów z surowców roślinnych przez ekstrakcję surowca wodnym roztworem kwasu octowego lub jego chlorowcopochodnych, albo ich mieszanin ewentualnie odpowiednio zbuforowanych o stężeniu 0,01 - 2 molowym w przeliczeniu na jon octanowy, a następnie przez przeciwprądowe kontaktowanie uzyskanego wodnego wyciągu z reekstrahentem organicznym zwłaszcza chlorowcopochodnymi węglowodorów alifatycznych korzystnie chloroformem, z n a m i e n n y t y m, że wyciąg organiczny odbiera się z przeciwprądu frakcjami o określonej objętości i zawierającym alkaloidy o zróżnicowanym jakościowym składzie, przy czym rodzaj reekstrahentu i objętość frakcji wyznacza się doświadczalnie znanymi metodami analizy chromatograficznej, po czym z otrzymanych frakcji odparowuje się fazę organiczną wyodrębniając począwszy od frakcji drugiej, pojedyncze alkaloidy lub grupy alkaloidów o wysokiej czystości.