



Patent dodatkowy  
do patentu nr \_\_\_\_\_

Zgłoszono: 23.11.77 (P. 202 391)

Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

Zgłoszenie ogłoszono: 04.06.79

Opis patentowy opublikowano: 16.06.1983

CZYTELNIA

Opis patentowy  
opublikowano w: Biuletynie

Int. Cl.<sup>3</sup> A61K 35/78

Twórcy wynalazku: Krystyna Mrugasiewicz, Jerzy Lutomski, Alina Czarcńska

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

**Sposób otrzymywania koncentratu o dużej zawartości  
saponozydów trójterpenowych z ziela nagietka  
(*Calendula officinalis* (L.)).**

1

**Dziedzina techniki.** Przedmiotem wynalazku jest prosty sposób otrzymywania z ziela nagietka (*Calendula officinalis* (L.)) suchego niehigroskopijnego koncentratu o zawartości od 50—75% saponozydów trójterpenowych.

Koncentrat saponozydowy znajduje zastosowanie w lecznictwie m.in. jako środek przeciw immunodepresji wieku starczego.

**Stan techniki.** Autorem wynalazku nie jest znany jakikolwiek patent dotyczący izolacji zespołu saponozydów trójterpenowych z ziela nagietka. Z publikacji Z. Kasprzyk, Z. Wojciechowski (Phytochemistry 1967, 6, 69) znany jest jedynie sposób wyodrębniania saponozydów z części nadziemnych nagietka, polegający na ekstrakcji gorącym alkoholem etylowym surowca, uprzednio oczyszczonego od substancji balastowych eterem. Po odpędzeniu rozpuszczalnika, z gęstego wyciągu wytrącano saponozydy bezwodnym acetonem.

Uzyskany surowy wyciąg autorzy oczyszczali przez kilkakrotne powtarzanie procesu rozpuszczania w alkoholu etylowym i wytrącania saponozydów równą ilością eteru lub acetonu.

Powyższa metoda wymaga dużej ilości łatwopalnych rozpuszczalników (eter, aceton) a oczyszczanie zespołu saponozydów polegające na kilkakrotnym rozpuszczaniu i wytrącaniu jest przyczyną niskiej wydajności procesu.

2

**Istota wynalazku i skutki techniczne.** Istota wynalazku polega na tym, że rozdrobnione (sproszkowane) ziele nagietka (*Calendula officinalis* (L.)), ekstrahuje się dowolną metodą stosowaną do surowców roślinnych, uwodnionym alkoholem niskocząsteczkowym najlepiej 75%, biorąc na 1 część wagową ziela 10 części objętościowych rozpuszczalnika. Stosowanie do procesu ekstrakcji surowca 75% alkoholu z zawartością 2—8% objętościowych amoniaku, korzystnie 5%, pozwala na całkowite wydzielenie z surowca związków saponozydowych, a tym samym podnosi wydajność procesu.

Wyciąg alkoholowy pozbawia się rozpuszczalnika przez oddestylowanie pod zmniejszonym ciśnieniem, a pozostałość zawiesza się w 6—12 częściach wagowych, korzystnie 10 części wody, dodaje się kwasu, korzystnie octowego w takiej ilości, żeby jego zawartość w roztworze wynosiła od 0,5—2,5% wagowych, korzystnie 1% kwasu octowego.

Proces oczyszczania wodnego wyciągu od substancji balastowych prowadzi się rozpuszczalnikami z grupy chlorowcopochodnych; chloroformem ewentualnie dwuchloroetanem w stosunku objętościowym na 1 część wyciągu 3 części rozpuszczalnika.

Z oczyszczonego wyciągu wodnego ekstrahuje się zespół saponozydów dwukrotnie butanolem nasyconym wodą, każdorazowo w stosunku 1:1 części objętościowych. Po przemyciu wyciągów butanolem równą ilością wody oddestylowuje się rozpuszczalnik pod zmniejszonym ciśnieniem. Uzyska-

ny koncentrat saponozydowy zawiera od 50 do 75% saponozydów trójtterpenowych.

Sposób wytwarzania koncentratu saponozydowego wg wynalazku jest prosty i łatwy do wprowadzenia technicznego. Procesy ekstrakcji, zagęszczania, mieszania, które są stosowane wymagają typowego wyposażenia, jakie posiada każda wytwórnia zajmująca się produkcją wyciągów z roślin leczniczych.

Istotny wpływ na wyczerpującą ekstrakcję saponozydów z ziela nagietka, ma stosowanie do procesu izolacji uwodnionego alkoholu w środowisku alkalicznym.

Dla uzyskania pożądanego środowiska najkorzystniejsze jest stosowanie amoniaku, który z racji swojej lotności może być całkowicie usunięty z wyciągu na określonym etapie procesu technologicznego.

Ekstrakcja rozcieńczonym alkoholem bez zmiany środowiska upraszcza sam proces, ale pozwala na uzyskanie tylko 50—60% wydajności w stosunku do zawartości saponozydów w surowcu.

Sposób według wynalazku objaśniają bliżej nie ograniczając jego zakresu następujące przykłady:

Przykład I: 10 kg rozdrobnionego ziela nagietka lekarskiego (*Calendula officinalis* /L.) ekstrahuje się wyczerpująco 75% alkoholem metylowym zawierającym 5% amoniaku. Z metanolowego wyciągu oddestylowuje się całkowicie rozpuszczalnik pod zmniejszonym ciśnieniem, a pozostałość zawiesza się w 10 częściach wagowych wody i podczas intensywnego mieszania dodaje się kwasu octowego lodowatego w takiej ilości, żeby jego zawartość w roztworze wynosiła 1%.

Z kwaśnego wodnego wyciągu ekstrahuje się substancje balastowe chloroformem trzykrotnie, biorąc każdorazowo na 1 część objętościową wyciągu 1 część objętościową rozpuszczalnika.

Reekstrakcję saponozydów z oczyszczonego wodnego wyciągu prowadzi się dwukrotnie butanolem nasyconym wodą, biorąc każdorazowo 1 część objętościową wyciągu na 1 część objętościową rozpuszczalnika.

Połączone wyciągi butanolowe przemywa się równą objętością wody i oddestylowuje całkowicie rozpuszczalnik pod zmniejszonym ciśnieniem, uzyskując koncentrat saponozydowy.

Wydajność w stosunku do ilości saponozydów w surowcu 75%.

Przykład II: 10 kg rozdrobnionego ziela nagietka lekarskiego (*Calendula officinalis* /L.) ekstrahuje się wyczerpująco 75% alkoholem metylowym. Z metalowego wyciągu oddestylowuje się całkowicie rozpuszczalnik pod zmniejszonym ciśnieniem a pozostałość zawiesza się w 10 częściach wagowych wody i podczas intensywnego mieszania dodaje się kwasu octowego lodowatego w takiej ilości, żeby jego zawartość w roztworze wynosiła 1%.

Z kwaśnego wodnego wyciągu ekstrahuje się substancje balastowe chloroformem trzykrotnie biorąc każdorazowo na 1 część objętościową wyciągu 1 część objętościową rozpuszczalnika.

Reekstrakcję saponozydów z oczyszczonego wodnego wyciągu prowadzi się dwukrotnie butanolem nasyconym wodą, biorąc każdorazowo na 1 część objętościową wyciągu 1 część objętościową rozpuszczalnika.

Połączone wyciągi butanolowe przemywa się równą objętością wody i oddestylowuje całkowicie rozpuszczalnik pod zmniejszonym ciśnieniem, uzyskując koncentrat saponozydowy.

Wydajność w stosunku do ilości saponozydów w surowcu 50—60%.

#### Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania koncentratu o dużej zawartości saponozydów trójtterpenowych z ziela nagietka lekarskiego (*Calendula officinalis* /L.) na drodze ekstrakcji alkoholem niskocząsteczkowym, **znamienny tym**, że rozdrobniony surowiec ekstrahuje się uwodnionym alkoholem zawierającym nie więcej niż 4 atomy węgla w cząsteczce, w środowisku o pH 6—14, potem usuwa rozpuszczalnik przez oddestylowanie, a pozostałość zawiesza w wodzie i ewentualnie zakwasza, następnie ekstrahuje zanieczyszczenia rozpuszczalnikami z grupy chlorowcopochodnych, po czym reekstrahuje zespół saponozydów trójtterpenowych przy pomocy butanolu nasyconego wodą, a następnie oddestylowuje rozpuszczalnik.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do ekstrakcji używa się uwodniony alkohol metylowy, korzystnie o stężeniu 75%.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do ekstrakcji używa się mieszaninę alkoholu metylowego, amoniaku i wody, korzystnie zawierającą 75% metanolu i 5% amoniaku.

4. Sposób według zastrz. 1 albo 2 albo 3, **znamienny tym**, że ekstrakcję prowadzi się biorąc na 1 część wagową ziela 10 część objętościową rozpuszczalnika.

5. Sposób według zastrz. 1 albo 2 albo 3, **znamienny tym**, że oddestylowanie rozpuszczalnika po ekstrakcji i reekstrakcji dokonuje się pod zmniejszonym ciśnieniem.

6. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że pozostałość po ekstrakcji i usunięciu rozpuszczalnika zawiesza się w 6—12 częściach wody, korzystnie w 10 częściach.

7. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zakwaszenia zawiesiny dokonuje się kwasem octowym w takiej ilości aby jego zawartość w roztworze wynosiła 0,5—2,5% wagowych, korzystnie 1% wagowych.

8. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako rozpuszczalnik chlorowcopochodny do ekstrakcji zanieczyszczeń z wodnego wyciągu saponozydowego stosuje się chloroform.

9. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako rozpuszczalnik chlorowcopochodny do ekstrakcji zanieczyszczeń z wodnego wyciągu saponozydowego stosuje się dwuchloroetan.

5

10. Sposób według zastrz. 1 albo 8 albo 9, **znamienny tym**, że do ekstrakcji zanieczyszczeń rozpuszczalnikiem z grupy chlorowcopochodnych stosuje się 1—3 części objętościowych rozpuszczalnika na 1 część wagową wyciągu.

6

11. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że reekstrakcję butanolem nasyconym wodą prowadzi się dwukrotnie, biorąc każdorazowo na 1 część wagową wyciągu 1 część objętościową rozpuszczalnika.