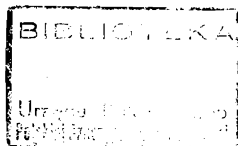


29. 23. 10 / -
Warszawa, 21 sierpnia 1933 r. 2

URZĄD PATENTOWY



C07c 473/00



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 15328.

Kl. 12 o 26.

Dr. Sachs & Co.
(Berlin, Niemcy).

Sposób otrzymywania trwałych związków saponiny, zawartej w roślinach pierwiosnkowatych (Primulaceae).

Zgłoszono 21 lutego 1931 r.
Udzielono 28 grudnia 1931 r.

Wiadomo, że korzenie roślin pierwiosnkowatych (Primulaceae) zawierają znaczne ilości saponiny, posiadającej charakter kwasu, nierozpuszczalnej w wodzie oraz rozpuszczalnej w alkaliach (porównaj Kofler Archiv der Pharmazie, 1924, str. 318 i nast.). Ta własność może służyć do wydzielania saponiny z rośliny, lecz taki sposób otrzymywania nie posiada praktycznego znaczenia, gdyż wraz z saponiną do roztworu przechodzi duża ilość materiałów zbędnych i szkodliwych, a których oddzielenie nastręcza wielkie trudności.

Wykryto, że saponina primulowa jest stosunkowo mocnym kwasem, który tworzy sole nawet ze słabymi zasadami, oraz, że niektóre z tych soli, np. sole amonowe, są

łatwe do wydzielania saponiny z roślin przy zachowaniu odpowiednich warunków pracy. Następnie wykryto, że saponina primulowa estryfikuje się alkoholami. Ta ostatnia własność również potwierdza wyraźnie kwasowy charakter saponiny.

Przykład I. 10 kg Radix primulae łąguje się 50 kg 96%-owego alkoholu; z otrzymanego roztworu odparowuje się alkohol aż do otrzymania pozostałości, ważącej około 18 kg. Pozostałość na gorąco zadaje się ostrożnie wodnym roztworem amoniaku aż do wyraźnej alkalicznej reakcji. Po ochłodzeniu wydzieli się amonowa sól saponiny primulowej, którą przez wielokrotne rozpuszczenie i przekrystalizowanie z alkoholu z dodatkiem węgla otrzymuje się

5 w czystym białym stanie. Sól ta topi się w temperaturze 212—213°C, silnie się pieniać; łatwo się rozpuszcza w wodzie i gotowana z alkalkami wydziela amonjak. 1,0 g tej soli zużywa przy miareczkowaniu 8,0 cm³ n/10 HCl aż do wystąpienia kwaśnej reakcji z metyloranzem, a więc zawiera 13,6 mg amonjaku.

Przykład II. 1,0 g saponiny primulowej rozciera się z 5 cm³ alkoholu i 3,0 g 40%-owego roztworu metylaminy. Wydziela się przytem metylaminowa sól saponiny primulowej, rozpuszczalna łatwo w wodzie, trudniej w alkoholu, o temperaturze topnienia 227 — 228°C przy jednoczesnym rozkładzie, która podczas gotowania z ługiem potasowym lub sodowym wydziela metylaminę.

Przykład III. Stężony wodny roztwór 1,23 g soli amonowej saponiny primulowej, zawierającej 17 mg, a więc 0,001 mola amonjaku, miesza się z wodnym roztworem równocząsteczkowej ilości chlorowodoru kodeiny, a więc z 0,371 g, i roztwór stęży w 30 — 35°C. Po pewnym czasie z roztworu pozostawionego w spokoju wydziela się kodeinowa sól saponiny primulowej. Jest to biała masa trudno rozpuszczalna w wodzie i alkoholu, topniejąca z rozkładem w 236°C; podczas gotowania z wodą i odrobiną kwasu azotowego wydziela się wolna saponina primulowa.

Przykład IV. 1,25 g soli amonowej saponiny primulowej zadaje się, jak w przykładzie III, 0,375 g chlorowodoru morfiny, przyczem z roztworu wydziela się natychmiast primulowa sól morfiny (1,5 g), o temperaturze topnienia 222°C.

Przykład V. 3,0 g saponiny primulowej gotuje się pod chłodnicą zwrotną w ciągu 10 godzin z 100 g absolutnego alkoholu, poczem większą część alkoholu usuwa się w niskiej temperaturze. Po paru godzinach

wydziela się ester etylowy saponiny primulowej w postaci białej masy, trudno rozpuszczalnej w wodzie, łatwo w alkoholu, o temperaturze topnienia 135 — 136°C. Do zmydlenia 1,0 g estru zużywa się 71,7 mg wodorotlenku potasu.

Przykład VI. 6 g saponiny primulowej rozpuszcza się w 50 g alkoholu benzylowego i ogrzewa z dodatkiem 0,5 g kwasu siarkowego w ciągu 2 godzin na wrzącej kąpeli wodnej. Następnie roztwór rozcieńcza się wielokrotną objętością eteru, wytrząsa z roztworem sody celem usunięcia kwasu siarkowego, przyczem do wodnego roztworu przechodzą również drobne ilości niezmienionej saponiny; eterowy roztwór suszy się bezwodnym siarczanem sodowym. Po przesączeniu, odparowaniu eteru i oddestylowaniu nadmiaru alkoholu benzylowego w wysokiej próżni pozostaje ester benzylowy saponiny primulowej w postaci ciągliwej masy, trudno rozpuszczalnej w wodzie, a łatwo w rozpuszczalnikach organicznych.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania trwałych związków saponiny zawartej w roślinach pierwiosnkowatych, znamienny tem, że wyciągi z roślin pierwiosnkowatych (Primulacae) lub czystą saponinę primulową poddaje się działaniu słabych zasad, a wydzielone sole oczyszcza się przez rozpuszczanie, na przykład w rozcieńczonym alkoholu, i krystalizację.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że saponinę primulową estryfikuje się w zwykły sposób alkoholami.

Dr. Sachs & Co.
Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.