

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

51129

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 09.XII.1964 (P 106 564)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 20.VI.1966

Kl 12 o, 25

MKP C 07 c 171/00

UKD

Twórca wynalazku
i
właściciel patentu: Dr Jan Pasich, Poznań (Polska)

BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Sposób wytwarzania kwaśnego dwuestru ftalowego betuliny

1

Betulinę, która jest pod względem chemicznym 3β,28-dwuhydroksylupanem i wzorze chemicznym $C_{30}H_{50}O_2$ otrzymuje się z różnych roślin najczęściej jednak z kory brzozy Betula alba L.

Dotychczasowe sposoby ekstrahowania tego związku przy pomocy benzenu, eteru etylowego, chloroformu, alkoholu etylowego są niedogodne, a to ze względu na łatwą palność tych rozpuszczalników, wybuchowość niektórych z nich oraz dodatkowe zanieczyszczenia jakie są wprowadzane z tymi rozpuszczalnikami do otrzymanego produktu. Ponadto przy stosowaniu tych rozpuszczalników z ekstrakcji otrzymuje się surową betulinę z wydajnością 22—28%, a czysty związek o temperaturze topnienia 251—252°C po 5—6 krotnej krystalizacji z etanolu.

Sposób według wynalazku pozwala na usunięcie tych niedogodności. Polega on na zastosowaniu do ekstrakcji betuliny rozpuszczalnika niepalnego, lotnego np. trójchloroetyleny. Zastosowanie trójchloroetyleny zwiększa znacznie bezpieczeństwo pracy i wydajność surowej betuliny do 44%. Z surowego produktu otrzymuje się czysty związek o temperaturze topnienia 251—252°C już po 3-krotnej krystalizacji z etanolu.

Dotychczas istnieje tylko jedna metoda otrzymywania kwaśnego dwuestru ftalowego betuliny (Schultze i Pieroh, Ber. 1922,55,2332), która polega na ostrożnym stapianiu bezwodnika kwasu ftalowego z betulina. Powstały surowy produkt trak-

2

tuje się alkoholowym roztworem amoniaku a następnie wytrąca surowy ester. Otrzymany ester jest niejednorodny, ponieważ zawiera zanieczyszczenia powstałe przy stapianiu. Temperatura topnienia tak otrzymanego związku jest zawsze niższa od podanej w literaturze i wynosi 175-8°C. Ponadto wydajność surowego produktu uzyskana według tej metody jest niezadowalająca.

Według wynalazku kwaśny dwuester ftalowy betuliny otrzymuje się przez traktowanie betuliny bezwodnikiem kwasu ftalowego w mieszaninie benzenu z pirydyną. Do estyfikacji stosuje się najlepiej 12—14 części wagowych bezwodnika kwasu ftalowego, 20 części wagowych betuliny, a reakcję prowadzi się w mieszaninie 120—140 części objętościowych benzenu i 60—80 części objętościowych pirydyny.

Surowy produkt krystalizuje się z 96% alkoholu etylowego. Otrzymany związek wykazuje działanie farmakologiczne.

Przykład I. Otrzymaną betulinę o temperaturze topnienia 251—2°C w ilości 20 części wagowych i 13,5 części wagowych sublimowanego bezwodnika kwasu ftalowego rozpuszczono w 70 częściach objętościowych bezwodnej pirydyny z 130 częściami objętościowymi bezwodnego benzenu ogrzewano we wrzeniu na łaźni wodnej. Następnie produkt reakcji pozostawiono w czasie 24 godzin w temperaturze pokojowej. Otrzymany produkt

przemity małą ilością zakwaszonej wody, na lejkę piankowym. Przemity osad krystalizowano z alkoholu etylowego otrzymując kwaśny dwuftalan betuliny o temperaturze topnienia 180—2°C. Widmo tego związku w podczerwieni wykazuje na podstawie analizy pasma obecność estru w ca 1700 cm^{-1} przy równoczesnym braku grup hydroksylowych wynikających z pasma ca 3400 cm^{-1} co świadczy o całkowitej estryfikacji.

Analiza elementarna otrzymanego związku jest zgodna z obliczoną ze wzoru $\text{C}_{46}\text{H}_{58}\text{O}_8$.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania kwaśnego dwuustru ftalowego betuliny na drodze estryfikacji betuliny bezwodnikiem kwasu ftalowego, **znamienny**

tym, że betulinę traktuje się bezwodnikiem kwasu ftalowego w mieszaninie benzenu z pirydyną a otrzymany produkt krystalizuje się zwłaszcza z 95 procentowego alkoholu etylowego.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do estryfikacji stosuje się 12—14 części wagowych bezwodnika kwasu ftalowego i 20 części wagowych betuliny, a reakcję prowadzi się w mieszaninie 120—140 części objętościowych benzenu i 60—80 części objętościowych bezwodnej pirydyny.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że estryfikacji poddaje się betulinę ekstrahowaną z kory brzozy trójchloroetylenem.