



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 22.IX.1966 (P 116 568)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 10.XII.1968

Kl. 30 h, 2/03

MKP A 61 k 27/14

UKD

Współtwórcy wynalazku: mgr Bolesław Adamczewski, doc. dr Jerzy Lutomski, Krystyna Marciniak, mgr Krystyna Schmidt

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Zielarskiego, Poznań (Polska)

Sposób otrzymywania kwercetyny z suchych nasadek liściowych cebuli — *Allium cepa* L.

1

Przedmiotem wynalazku jest otrzymywanie kwercetyny z suchych nasadek liściowych cebuli — *Allium cepa* L. — znaną metodą ekstrakcji alkoholowej, jednak po uprzednim odbalastowaniu surowca za pomocą wstępnej ekstrakcji wodą lub wodą zakwaszoną.

Kwercetyna (3,5,7,3',4',-pentahydroksy flawon) jest substancją o znanych cennych właściwościach chemiczno-farmakologicznych. Związek ten, szeroko rozpowszechniony w świecie roślinnym występuje między innymi w nasadkach liściowych czyli łuskach cebuli *Allium cepa* L. Dotychczasowym głównym źródłem otrzymywania kwercetyny jest rutyna (3-glikoramnozyd kwercetyny), przez hydrolizę której otrzymuje się jej aglikon zwany kwercetyną. Sposób ten jest mało ekonomiczny, gdyż koszt kwercetyny otrzymanej na drodze hydrolizy rutyny jest bardzo wysoki.

Znane są również sposoby otrzymywania kwercetyny przez ekstrakcję alkoholową materiału roślinnego. Metody te są jednak kłopotliwe, gdyż do alkoholu przechodzi wiele ciał balastowych utrudniających krystalizację kwercetyny w końcowym etapie jej otrzymywania.

W poszukiwaniu tańszego i prostszego sposobu otrzymywania kwercetyny czyniono już próby uzyskiwania tego związku z nasadek liściowych (łusek) cebuli, surowca odpadowego uzyskiwanego przy sortowaniu cebuli, a zawierającego około 4% wagowych kwercetyny. Opisane w literaturze

2

metody otrzymywania kwercetyny z łusek cebuli polegały między innymi na ekstrakcji surowca wodą na gorąco, sączeniu otrzymanego wodnego wyciągu kwercetyny jego podgęszczaniu i wytrącaniu przez oziębienie. Wydajność otrzymanej w ten sposób kwercetyny wynosiła około 1% wagowych w przeliczeniu na suchą masę surowca.

Sposobem według wynalazku surowiec poddaje się wielokrotnej ekstrakcji wstępnej na gorąco wodą lub wodą zakwaszoną. Wyciąg wodny znajdujący się nad surowcem oziębia się, przez co wytrąca się kwercetynę, częściowo rozpuszczoną w gorącym roztworze.

Po oziębieniu i zdekantowaniu znad osadu, wodne wyciągi, zawierające wyłącznie substancje balastowe odrzuca się, osad zaś, składający się z pozostałości surowca i wytrąconej kwercetyny suszy się i ekstrahuje w znany sposób alkoholem. W przypadku zastosowania ekstrakcji wstępnej czystą wodą, uzyskany wyciąg alkoholowy podgęszcza się do sucha, po czym otrzymany surowy zespół flawonów poddaje się hydrolizie w środowisku kwaśnym w znany sposób celem przeprowadzenia pozostałej reszty glikozydów flawonowych w kwercetynę. Odsączoną surową kwercetynę oczyszcza się w znany sposób przez przekrystalizowanie z rozcieńczonego alkoholu.

W przypadku stosowania ekstrakcji wstępnej wodą zakwaszoną hydroliza glikozydów flawonowych zachodzi już w czasie ekstrakcji wstępnej.

Analogicznie jak w przypadku ekstrakcji wodnej, materiał roślinny po ekstrakcji wstępnej wodą zakwaszoną suszy się, po czym ekstrahuje alkoholem. Wyciąg alkoholowy podgęszcza się, a surową kwercetynę wytrąca przez rozcieńczenie zimną wodą. Otrzymaną surową kwercetynę oczyszcza się w znany sposób przez rekryształizację z alkoholu.

Sposób według wynalazku posiada następujące zalety: Surowiec stanowi produkt odpadowy dostępny w dużych ilościach; w porównaniu z metodą ekstrakcji kwercetyny alkoholem zmniejsza znacznie zużycie rozpuszczalnika; w porównaniu z metodą ekstrakcji kwercetyny gorącą wodą zmniejsza pracochłonność i eliminuje konieczność stosowania aparatury próżniowej do podgęszczania wyciągów wodnych oraz zwiększa trzykrotnie wydajność kwercetyny. Sposobem według wynalazku otrzymuje się około 3% wagowych kwercetyny w przeliczeniu na suchą masę surowca wyjściowego.

Przykład I. Wstępna ekstrakcja wodna: 10 kg wysuszonych łusek cebuli zalewa się 10-ciokrotną ilością zwykłej wody i gotuje w ciągu 1 godziny. Po upływie tego czasu całość oziębia się i wodę odsącza lub dekantuje. Operację tę powtarza się kilkakrotnie. Wstępnie wyekstrahowany materiał suszy się, po czym gotuje w ciągu jednej godziny pod chłodnicą zwrotną dwa razy z pięciokrotną ilością alkoholu etylowego lub korzystnie metylowego a następnie sączy na gorąco. Otrzymane wyciągi alkoholowe podgęszcza się do sucha, po czym suchą pozostałość hydrolizuje się 3—5% roztworem kwasu siarkowego w ciągu 2 godzin w temperaturze wrzenia. Wytrąconą surową kwercetynę odsącza się na lejku próżniowym i na tymże lejku przemywa wodą do odczynu obojętnego przesącza oraz ujemnej reakcji na cukry. Otrzymaną surową kwercetynę suszy się, po czym

przekryształizowuje z rozcieńczonego alkoholu. Wydajność wynosi 250—300 g.

Przykład II. Wstępna ekstrakcja wodą zakwaszoną: 10 kg wysuszonych łusek cebuli zalewa się 10-ciokrotną ilością zwykłej wody zakwaszonej poprzednio kwasem solnym do wartości $\text{pH} = 1-4$, korzystnie 2, po czym gotuje się w ciągu 1 godziny. Po upływie tego czasu całość oziębia się i zakwaszoną wodę odsącza lub dekantuje. Operację tę powtarza się kilkakrotnie. Wstępnie wyekstrahowany materiał suszy się, po czym gotuje w ciągu jednej godziny pod chłodnicą zwrotną 2 razy z pięciokrotną ilością alkoholu, a następnie sączy na gorąco. Otrzymane wyciągi alkoholowe podgęszcza się do małej objętości, po czym wytrąca się surową kwercetynę przez zadanie wodą. Dalsze operacje jak w przykładzie I. Wydajność wynosi 250—300 g.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania kwercetyny z suchych nasadek liściowych cebuli *Allium cepa* L., **znamienny tym**, że surowiec poddaje się wielokrotnej ekstrakcji na gorąco wodą lub wodą zakwaszoną, przy czym kolejne wyciągi wodne oziębia się i dekantuje znad osadu, składającego się z pozostałości surowca oraz wytrąconej przez oziębienie kwercetyny, po czym wyciągi wodne, zawierające substancje balastowe, odrzuca się, a z osadu po wysuszeniu ekstrahuje się kwercetynę alkoholem w znany sposób.
2. Sposób według zastrz. 1., **znamienny tym**, że w przypadku stosowania do ekstrakcji wody niezakwaszonej, ekstrakt alkoholowy hydrolizuje się w znany sposób w środowisku kwaśnym, przy czym wyekstrahowane łącznie z kwercetyną glikozydy flawonowe przeprowadza się w kwercetynę.