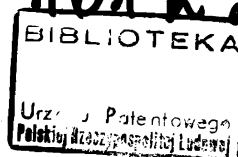


Opublikowano dnia 1 kwietnia 1958 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 40884

Kl. ~~30 h, 2/03~~

Leonard Kuczyński

Wrocław, Polska

Tadeusz Zawisza

Wrocław, Polska

48d¹, 1/06

Sposób otrzymywania alkaloidów sporyszu

Patent trwa od dnia 27 czerwca 1957 r.

Alkaloidy sporyszu wyodrębniane są ze sporyszu dwoma sposobami. Pierwszy z nich polega na ekstrakcji odtłuszczonego surowca, po uprzednim jego zalkalizowaniu, np. amoniakiem lub zawiesiną wodną tlenku magnezowego, za pomocą takich rozpuszczalników, jak eter, chloroform, chlorek etylenu, benzen. Oprócz rozpuszczalników organicznych stosuje się także ciekły amoniak i ciekły dwutlenek siarki.

Drugi sposób polega na ekstrakcji alkaloidów z surowca nieodtłuszczonego, po uprzednim zalkalizowaniu go amoniakiem lub tlenkiem magnezowym, za pomocą rozpuszczalników organicznych (np. eteru, chloroformu). Z otrzymanego i następnie podgęszczonego wyciągu wytrąca się alkaloidy eterem naftowym lub reekstrahuje za pomocą wodnego roztworu kwasów organicznych lub mineralnych. Znane jest również ekstrahowanie alkaloidów sporyszu

z nieodtłuszczonego surowca za pomocą alkoholu metylowego rozcieńczonego wodą z dodatkiem kwasu winowego,

Dotychczasowe metody mają tę wadę, że są mało wydajne. Sposobem według wynalazku można otrzymać alkaloidy sporyszu z wysoką wydajnością oraz o dużej czystości.

Stwierdzono, że octany alkaloidów sporyszu są rozpuszczalne w trójchloroetylenie, rozpuszczalniku nie mieszającym się z wodą. W oparciu o to stwierdzenie opracowano sposób według wynalazku. Sposób ten polega na ekstrakcji alkaloidów sporyszu z surowca nieodtłuszczonego za pomocą trójchloroetylenu lub innego chlorowcowęgłowodoru z dodatkiem kwasu octowego. Z otrzymanego wyciągu oddziela się alkaloidy przez związanie ich za pomocą kationitu.

Ponieważ próby wiązania alkaloidów sporyszu bezpośrednio z trójkloroetylenem na kationitach zawiodły, zastosowano według wynalazku kationit zmieszany z wodą. Woda wprowadzona z kationitem pośredniczy przy wiązaniu alkaloidów z roztworu w trójkloroetylenie. Część kationów alkaloidowych przechodzi bowiem do fazy wodnej (współczynnik podziału soli alkaloidów między fazą wodną i trójkloroetylenową wynosi 2:3) i zostaje szybko związana przez kationit. Po upływie $\frac{1}{2}$ — 1 godziny prawie cała ilość alkaloidów przechodzi do fazy wodnej i zostaje następnie wychwyтана na kationicie. Następnie z kationitu wypiera się alkaloidy roztworem soli z dodatkiem niewielkiej ilości amoniaku. Stosowanie do tego celu roztworów silnych zasad, jak to się zwykle robi, jest szkodliwe, gdyż alkaloidy sporyszu ulegają łatwo w środowisku silnie alkalicznym izomerizacji do nieaktywnych odmian prawoskrętnych. W roztworze soli rozpuszczalność ergobazyny i ergobazyniny jest poza tym znacznie mniejsza niż w roztworze zasad. Po wyparciu alkaloidów ekstrahuje się je z powierzchni kationitu rozpuszczalnikami organicznymi np. acetonem, uzyskując stężony roztwór zespółu alkaloidów sporyszu.

Przykład. 20 kg rozdrobnionego suchego sporyszu o zawartości 0,04% alkaloidów ekstrahuje się w perkolatorze ośmiokrotnie, używając każdorazowo 20 l trójkloroetylenem z małym dodatkiem kwasu octowego. Otrzymane wyciągi miesza się w reaktorze z mieszałem z 400 g katio-

nit (np. kationitu sulfonowego MK2) z dodatkiem 2 l wody w ciągu około 1 — 2 godzin. Następnie odsączony kationit ze związanymi alkaloidami miesza się w mieszalniku z 10% roztworem soli (np. NaCl) w celu uwolnienia związanych alkaloidów. Po odsączeniu od solanki eluuje się alkaloidy rozpuszczalnikami organicznymi (np. acetonem) uzyskując stężony roztwór alkaloidów, z którego znanymi metodami wydziela się około 8 g alkaloidów o czystości powyżej 90%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania alkaloidów sporyszu przez ekstrakcję nieodtłuszczonego rozdrobnionego sporyszu rozpuszczalnikami organicznymi z dodatkiem kwasu organicznego, a następnie przez wiązanie alkaloidów na kationitach, znamienny tym, że sporysz ekstrahuje się trójkloroetylenem lub innym chlorowcowęgłowodem z dodatkiem kwasu octowego, po czym otrzymany wyciąg zawierający sole alkaloidów miesza się z kationitem i małą ilością wody, następnie odfiltrowuje kationit, przemycza roztworem soli (np. chlorku sodowego) z małą zawartością zasady (np. amoniaku), a alkaloidy, po odsączeniu kationitu, eluuje odpowiednim rozpuszczalnikiem, np. acetonem, otrzymując przy tym stężony roztwór, z którego w znany sposób wydziela się alkaloidy sporyszu.

Leonard Kuczyński
Tadeusz Zawisza