

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

87281

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 01.04.71 (P. 147297)

Pierwszeństwo: 02.04.70 Jugosławia

Zgłoszenie ogłoszono: 20.04.73

Opis patentowy opublikowano: 30.11.1976

MKP C07d 43/22

Int. Cl². C07D 519/02

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: LEK tovarna farmacevtskih in Kemicnih izdelkov
Ljubljana (Jugosławia)

Sposób wydzielania alkaloidów ze sporyszu

Przedmiotem wynalazku jest sposób wydzielania alkaloidów ze sporyszu. Przy wydzielaniu alkaloidów ze sporyszu należy przede wszystkim liczyć się z tym, że są one nietrwałe i łatwo przekształcają się w nieczynne izomery. Z tego względu operacje winny przebiegać bardzo szybko, na co jednak nie pozwala duża ilość substancji balastowych, zwłaszcza tłuszczów.

W wielu znanych sposobach prowadzi się dlatego wstępne oczyszczanie, to jest wstępną ekstrakcję, która jednak przedłuża sposób i prowadzi do znacznych strat alkaloidów i do niepożądanego izomeryzacji. W nowszych znanych sposobach nie stosuje się wstępnej ekstrakcji, wykazują one jednak inne wady. Zarówno przy zateżaniu wyciągów, jak i przy dodawaniu różnych dodatków zapobiegających emulgowaniu się, alkaloidy w każdym przypadku poddaje się oddziaływaniu ciepła i różnych chemikaliów w procesie wydzielania. Usuwanie substancji balastowych wymaga kilkakrotnego przeprowadzenia z jednego rozpuszczalnika w drugi, co jednak również zwalnia proces wydzielania, zmniejsza wydajność i obniża jakość.

Sposób według wynalazku w znacznym stopniu eliminuje te wady. Nie stosuje się wstępnej ekstrakcji, a oddzielenie alkaloidów od substancji balastowych przeprowadza się szybko w prosty sposób.

Według wynalazku surowiec roślinny ekstrahuje się rozpuszczalnikiem organicznym nie mieszającym się z wodą, np. chloroformem, benzenem, tróchloroetylenem, toluenem, chlorkiem metylenu, dwuchloroetanem itp. Wyciąg sączy się przez kolumnę wypełnioną odpowiednim adsorbentem, przeważnie tlenkiem glinu, przy czym adsorbują się alkaloidy z nieczynnymi ilościami polarnych substancji balastowych, natomiast większa część substancji balastowych eluuje się do przesączu. Alkaloidy eluuje się bardzo małą ilością rozpuszczalnika o dużej polarności lub mieszaniną wyżej podanego rozpuszczalnika z metanolem lub etanolem. Następnie zateża się do 1/20 objętości początkowej i uwalnia od większej części substancji balastowych, związanych przez adsorbent. Alkaloidy wydziela się z eluatu przez ostrożne zateżenie pod zmniejszonym ciśnieniem i wytrącenie nadmiarem eteru naftowego. Przebieg adsorpcji i desorpcji można śledzić za pomocą ultrafioletu. Ten sam wynik uzyskuje się przez zdyspersgowanie adsorbentu w wyciągu lub eluacie i jego odsączenie.

P r z y k ł a d. Ekstrahuje się tróchloroetylenem w znany sposób 10 kg zmielonego sporyszu. Sączy się 50

litrów ekstraktu w ciągu 2 godzin przez dwie 750 g warstwy aktywnego tlenku glinu umieszczone w dwóch kolumnach szklanych o średnicy 10 cm i wysokości 50 cm. Alkaloidy eluuje się 2 litrami octanu etylu i eluat zatęża się ostrożnie do objętości około 150 ml. Zasady alkaloidów wytrąca się przez wylanie koncentratu do 10 krotnej wagowo ilości eteru naftowego, odsącza się i suszy w suszarce próżniowej. Uzyskuje się 90% początkowej ilości alkaloidów zawartych w surowcu w postaci białego bezpostaciowego proszku, który zawiera 85–90% produktu, w przeliczeniu na zasadę ergotaminy. Zawartość procentowa prawoskrętnego izomeru odpowiada praktycznie jego zawartości procentowej w surowcu roślinnym.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wydzielania alkaloidów ze sporyszu, z n a m i e n n y t y m, że zmielony sporysz akstrahuje się rozpuszczalnikiem organicznym nie mieszającym się z wodą, alkaloidy adsorbują się odwracalnie na odpowiednim adsorbencie, po czym desorbują się rozpuszczalnikiem o dużej polarności, eluat, zatęża się pod obniżonym ciśnieniem i alkaloidy wytrąca nadmiarem eteru naftowego.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że jako organiczny rozpuszczalnik nie mieszający się z wodą stosuje się chloroform, benzen, trójkloroetylen, toluen, chlorek metylenu lub dwuchloroetan.

3. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że jako adsorbent stosuje się tlenek glinu.

4. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że jako rozpuszczalnik o dużej polarności stosuje się octan etylu lub mieszaninę rozpuszczalników podanych w zastrz. 2 z metanolem lub etanolem.