



ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО

(12) **Описание изобретения**

К МАЛОМУ ПАТЕНТУ

1

(21) 2001438
(22) 26.05.2020
(46) Бюл. 180, 2022
(71)(73) Махмудова Т.М. (TJ)
(72) Ибрагимов Д.Э. (TJ); Ибрагимова С.И. (TJ);
Махмудова Т.М. (TJ)
(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГОССИПОЛА**
(57) Изобретение относится к области химии природных соединений, а именно к получению госсипола из хлопкового материала.

В заявленном способе получения госсипола анализируемую навеску подвергают к горячей экстракции хлороформом. Полученный экстракт фильтруют и концентрируют методом упаривания. Фенол госсипола превращают в фенолят госсипола методом титрования с 0,1М водным раствором КОН, который становится водорастворимым. Водную часть экстракта отделяют от хлороформной на делительной воронке. Полученные феноляты гидролизуют с 0,1М рас-

2

твором H_2SO_4 . Точка эквивалентности этих реакций определяют по появлению и исчезновению малиновой окраски фенолфталеина. Из реакционной смеси свободный госсипол от других образовавшихся продуктов выделяют методом холодной экстракции хлороформом на делительной воронке. Хлороформный экстракт упаривают и получают свободный госсипол. Для очистки полученного госсипола её промывают серным эфиром несколько раз до слабожелтой окраски полученного продукта. Госсипол от серного эфира отделяют методом фильтрования. После высушивания госсипола при температуре 40-42°C до постоянной массы её массу определяют с применением аналитических весов.

Изобретение относится к области химии природных соединений, а именно к получению госсипола из хлопкового материала.

Известен способ выделения госсипола из хлопкового материала путем высушивания, измельчения материала, экстрагирования его углеводородным растворителем и обработкой полученной суспензии магнитным полем напряженностью от $5 \cdot 10^4$ А/М. Выход госсипола составляет 12-14 % (а. с. СССР № 1346662, кл. C11B 1/10, 1987).

Недостатком способа является сложность и трудоемкость процесса, низкий выход целевого продукта.

Наиболее близким аналогом к заявленному способу является способ получения госсипола из сырого черного хлопкового масла (RU 2067111 C1 от 16.06.1992, кл. C11B 3/04). Сущность изобретения заключается в том, что госсипол получают из сырого черного хлопкового масла путем обработки его 4%-ным водным раствором едкого натрия при 80-90°C. После отстаивания и охлаждения при 30°C добавляют 10%-ной раствор серной кислоты. Выпавший осадок экстрагируют этилацетатом (или хлористым метилом) при соотношении 1-1:2. После удаления водного слоя эфирный слой концентрируют и осаждают технический госсипол гексаном. После высушивания получают осадок с содержанием госсипола 70-80%.

Недостаток данного способа заключается в том, что при очистке госсипола методом адсорбции на полиамидном активированном порошке может частично потеряться госсипол. Также при выделении госсипола в аналоге используют гексан. Здесь следует отметить, что госсипол имеет наибольшую растворимость в хлороформе, чем в гексане (в нашем случае в качестве элюата мы используется хлороформ).

Целью изобретения является уменьшение экономических затрат, повышение чувствительности, упрощение метода и повышение точности способа.

Поставленная цель достигается тем, что анализируемый объект растительного происхождения измельчается и экстрагируется на аппарате Сокслета с применением хлороформа в течение 5-6 часов. Полученный экстракт фильтруется и концентрируется с применением метода упаривания экстрагента. Концентрат титруют с водным раствором 0,1М КОН в результате, которого фенол госсипол превращается в водорастворимый калиевый фенолят госсипола. Сопутствующие компоненты из реакционной смеси удаляют с применением метода холодной экстракции на делительной воронке. После отделения водной части от хлороформной водная вытяжка, в которой находится калиевый фенолят госсипола, гидролизуют с применением 0,1М раствором H_2SO_4 методом титрования. Точки эквивалентности при гидролизе идентифицируют с применением индикатора фенолфталеина. После гидролиза фенолятов госсипола реакционная смесь повторно экстрагируют с хлороформом на делительной воронке. Такой технологический подход обуславливает к тому, что свободный

госсипол переходит в хлороформную часть. После упаривания хлороформа получают свободный госсипол. Для удаления сопутствующих примесей полученный госсипол промывают серным эфиром до слабо желтой окраски и высушивают при температуре 40-42°C в течении 3-4 часов до постоянной массы. Количество госсипола определяют весовым методом.

Пример.

Госсипол это фенольное соединение, которое является ядовитым веществом. Госсипол встречается в составе некоторых дикорастущих и полевых растениях, в том числе в различных вегетативных частях хлопчатника. Хлопок является не только техническим растением, который используется для получения волокна и тканей также его семена богаты пищевым растительным маслом. Как известно хлопковое масло входит в основной рацион народов Азии. В связи с этим разработка эффективных компактных точных способов определения госсипола имеет важное значение в масложировой промышленности стран Азии.

Для получения госсипола выбрали семена хлопчатника сорта «Мехргон» отечественной разработки. С применением механического ручного метода отделяли семена от шелухи. Из полученных ядер брали 100г и перемололи на ступке пейсикам. Полученный помол брали в несколько специально шитые из хлопковой ткани мешочки и загружали в аппарат Сокслета и экстрагировали хлороформом. Экстракцию проводят на водяной бане при температуре 60-65°C в течении 5-6 часов. Полученный экстракт отфильтровывают и упаривают на роторе испарители до минимального объема (до 35-40см³). Полученный маслянистый экстракт берут в плоскодонные конические колбы и титруют с водным 0,1М раствором КОН до точки эквивалентности. Для определения точки эквивалентности в исследуемый раствор добавляют 3 - 4 капли 0,1% раствора фенолфталеина, приготовленный в этаноле и титруют титрантом до появления малиновой окраски в растворе. После превращения фенол госсипола в его водорастворимые феноляты реакционную смесь экстрагируют с 40-45см³ хлороформом. С применением делительной воронки водную часть экстракта, в котором находится феноляты госсипола отделяют от хлороформной вытяжки. Водный экстракт титруют с 0,1М раствором H_2SO_4 до исчезновения малиновой окраски раствора. Такой технологический подход обуславливает гидролизу фенолятов в результате, которого образуется свободный госсипол. Полученный свободный госсипол выделяют из реакционной смеси с применением холодной экстракции на делительной воронке. В качестве экстрагента используют 25-30см³ хлороформа. После отделения хлороформной части раствор упаривают на роторе испарителе в результате, которого получают чистый госсипол. Для очистки и удаления сопутствующих примесей госсипол промывают по порциям серным эфиром до слабожелтой окраски несколько раз. Госсипол от раствора выделяют методом фильтрования на фильтре «Шотта» и

высушивают при температуре 40-42°C в течении 3-4 часов до постоянной массы. Массу полученного госсипола

5

полученного госсипола составляла 0,89г. На основе полученных результатов с применением математического метода пропорций учитывая то, что масса анализируемого ядра хлопчатника составляет $100 \pm 0,1$ г.

сипола определяют с применением аналитических весов с точностью $\pm 0,03$ г. В нашем случае масса

6

Вычислено, что процентное содержание госсипола в составе масляного экстракта ядра семян хлопчатника сорта «Мехргон» составляет 0,89%.

1235

Формула изобретения

Способ получения госсипола, включающий экстрагирование хлопкового масла с последующим хроматографированием, *отличающийся тем, что* полученный экстракт концентрируют, концентрат титруют водным раствором 0,1М КОН, удаляют сопутствующие компоненты методом холодной экстракции, затем полученную водную вытяжку гидролизуют 0,1М раствором H_2SO_4 , экстрагируют хлоро-

формом на делительной воронке, с последующим упариванием хлороформной части до получения свободного госсипола, который промывают серным эфиром до слабо-желтой окраски, высушивают при температуре 40-42°C в течении 3-4 часов до постоянного веса.

Компьютерный набор: Нигораи А.

Заказ	Тираж	Подписное
Национальный патентно-информационный центр РТ 734042, г. Душанбе, ул. Айни, 14а		