



Республика Таджикистан

(19) **TJ** (11) **174**

(51) **МПК(2006) С 07**

С 37/74; 39/02; 39/08;

С 11 В 1/00; 1/04; 1/10; 3/10

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО

(12) **Описание изобретения**

К МАЛОМУ ПАТЕНТУ

1

(21) 0800173

(22) 16.01.2008

(46) Бюл.52 (4), 2008

(71) Холиков Ш.Х. (ТJ); Алиева С.В. (ТJ); Иброхимов Д.Э. (ТJ).

(72) Холиков Ш.Х. (ТJ); Алиева С.В. (ТJ); Иброхимов Д.Э. (ТJ).

(73) Холиков Ш.Х. (ТJ); Алиева С.В. (ТJ); Иброхимов Д.Э. (ТJ).

(56) 1. А.с. СССР №110178

2. А.с. СССР № 535277

3. Wazek. Eppinger. Ber. 73. 644 (1940)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПИРОКАТЕХИНА ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ

(57) Изобретение относится к области химии и

2

может быть применено в медицине.

Данный способ включает обработку растворов в нейтральной среде, экстракцию органическими растворителями и кристаллизацию. В качестве сырья используют высушенные зрелые семена «Лопуха», которые измельчают, экстрагируют. Растворитель отгоняют на ротном испарителе при температуре 30+40°C в вакууме, остаток в виде маслообразного продукта с выходом 17,2-17,6 % пропускают через колонку, наполненную целлюлозой. Элюируют продукт смесью хлороформ-этилацетат (1:1), получают четыре фракции (I, II, III, IV). На основании оптической плотности и качественной реакции из фракции I выделяют чистый пирокатехин с выходом 23,3 %.

Изобретение относится к способам получения пирокатехина из растительного масла, являющегося ценным препаратом, обладающим фармакологическим действием.

Аналогом к изобретению по технической сущности и достигаемому результату является способ получения пирокатехина, заключающийся в обработке водных растворов фенолов солями металлов в нейтральной или щелочной среде, в присутствии восстановителей с последующим отделением, полученных при этом нерастворимых солей пирокатехинов [1].

Недостатком данного способа является низкий выход продукта и селективность в процессе, длительность его из-за гетерогенных условий осуществления процесса, большой расход окиси или гидроокиси щелочных металлов.

Прототипом является способ выделения пирокатехина, который в отличие от предыдущего способа заключается в сокращении длительности процесса, где одно- и двухатомные фенолы, находящиеся в растворе из смольных вод полукоксования бурых углей обрабатывают органическими солями двух или трёхвалентных (Ca^{++} и Al^{++}) металлов - фенолятов с последующим отделением, полученных при этом нерастворимых солей пирокатехинов, разложение их кислотой, нейтрализацией и извлечением целевого продукта экстракцией органическими растворителями или кристаллизацией [2].

Недостатком данного способа в качестве прототипа является, трудоемкость, присутствие примесей фенолов в выделенном продукте за счёт гомогенности основного продукта.

У прототипа и предлагаемого способа имеются следующие сходные существенные признаки: обработка растворов в нейтральной среде с последующим отделением пирокатехина органическими растворителями экстракцией и кристаллизацией.

Целью заявляемого изобретения является упрощение способа получения пирокатехина из природных продуктов, получения фракции масла семян «лопуха», богатого содержанием пирокатехина и выделения из него чистого пирокатехина.

Поставленная цель достигается тем, что исходное сырьё - высушенные зрелые семена «лопуха» (*Arctium Tomentosum* Mill) измельчают и в аппарате Сокслета экстрагируют из него масло органическими растворителями (хлороформом и/или этилацетатом). Хлороформ отгоняют на ротаторном испарителе при 30 - 40 С в вакууме. Оставшееся масло с выходом 17,2 % + 17,6 % соответственно пропускают через колонку наполненную целлюлозой, элюируют продукты смесью хлороформ - этилацетат (1:1) и на основании оптической плотности отбирают четыре фракции (I, II, III, IV). На фиг.1 приведены хроматограммы масла семян "лопуха" хлороформного и этилацетатного (2) экстракта на колонке (90 x 3 см) с сорбентом целлюлозы (0,1 - 0,2 мм) с использованием элюента хлороформ -

этилацетат (1:1), скорость элюции 30 капель/мин. На оси абсциссы приведены номера фракций (число пробирок), а на оси ординаты приведена оптическая плотность (D) при длине волны 270 нм, цифры I, II, III, IV соответствуют номерам полученных фракций, занимающих определенные объёмы элюата.

Присутствие пирокатехина в этих фракциях определяют с помощью цветной реакции с раствором FeCl_3 , дающем зеленую окраску. Такую окраску получают после добавления к минимальному объёму фракции I с раствором FeCl_3 , другие фракции остаются без изменения, значит пирокатехину соответствует фракция I, фракция II и IV содержит простые и сложные глицериды, а фракция III относится к свободным жирным кислотам. При сравнении двух экстрактов выход пирокатехина из масла, экстрагированного хлороформом составляет 23,3%, а этилацетатом - 17,5 %. На фиг. 2 показана диаграмма - время удерживания (мин) пирокатехина, выделенного из масла семян «лопуха», на колонке диаметром (90 x 3 см) с сорбентом целлюлозы (0,1 - 0,2 мм) элюент хлороформ - этилацетат (1:1), скорость элюции 30 капель / мин, количество масла вводимого в колонку 100 мг, детектор Увикорд S - 11, самописец ЛКБ 2065 (Швеция), коллектор фракции модель 301В (Польша).

Предлагаемый способ позволяет получить весьма чистый пирокатехин из дешевого природного сырья, что позволяет снизить себестоимость важного гормона адреналина и ванилина.

Пример 1. Заявляемый способ выделения пирокатехинов из фенолсодержащих масел осуществляется следующим образом: в аппарат Сокслета загружают 65 г сухих измельченных семян «лопуха» и экстрагируют хлороформом при 60 - 65°C в течении 6-8 часов. Растворитель отгоняют в вакууме, на ротаторном испарителе, при остаточном давлении 10 - 12 мм рт. ст. и температуре 30 - 40°C. Остаток представляет собой темнокоричневое масло. Выход масла составляет 11,6 г (17,6%); $[\text{d}]_4^{20}$ 0,7253; $[\alpha]_D^{24}$ 1,4735, кислотное число (К.ч.) 39,0; йодное число (И.ч.) 14. Аналогично из 50 г семян «лопуха» экстрагированного этилацетатом получают 8,6 г (17,2 %) чистого масла.

Пример 2 . 100 г целлюлозы в виде порошка (0,1 - 0,2 мм) помещают в склянку со шлифованной крышкой, заливают растворителем - смесью хлороформ - этилацетат (1:1) и выдерживают в течении 6 часов для набухания.

Кашицеобразную суспензию сорбента (наполнитель) осторожно помещают в колонку, диаметром (90 x 3 см) при закрытом нижнем кране. Верхний слой суспензии перемешивают, а стенки колонки слегка простукивают для удаления попавших в колонку пузырьков воздуха и равномерному её заполнению. Колонку заполняют суспензией целлюлозы до высоты 60 см, затем открывают нижний кран и пропускают

растворитель для уплотнения сорбента. Закрывая кран, оставляют над сорбентом небольшой слой растворителя. Затем избыток растворителя удаляют из верхней части колонки пипеткой и осторожно наносят 100 мг масла «лопуха», позволяя ему впитаться. Остатки масла смывают со стенок колонки небольшой порцией растворителя. После этого колонку заполняют растворителем, создавая слой в 4 - 5 см и соединяют с резервуаром, заполненным элюентом, находящимся над колонкой. Открывая нижний кран колонки обеспечивают подачу элюента самотеком. Ско-

рость выхода элюата из колонки - 30 капель/мин (оптимальный вариант). Элюируемый раствор собирают в пробирки по 5 мл, снабженные автоматическим коллектором фракций.

После упаривания элюата получают 23,3 мг (23,3%) чистого пирокатехина с т. пл. 105-106 °С.

Полученный пирокатехин по физико-химическим показателям соответствует пирокатехину реагенту, получаемому химическим путем [3].

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ получения пирокатехина из растительного сырья, включающий обработку растворов в нейтральной среде, экстракцию органическими растворителями и кристаллизацию, **отличающийся тем, что** в качестве сырья используют высушенные зрелые семена «Лопуха», которые измельчают, экстрагируют, растворитель отгоняют на ротаторном испарителе при

температуре 30+40°C в вакууме, остаток в виде маслообразного продукта с выходом 17,2-17,6 % пропускают через колонку, наполненную целлюлозой, элюируют продукт смесью хлороформ-этилацетат (1:1), получают четыре фракции (I, II, III, IV), на основании оптической плотности и качественной реакции из фракции I выделяют чистый пирокатехин с выходом 23,3 %.

Компьютерный набор: Назарова Дж.

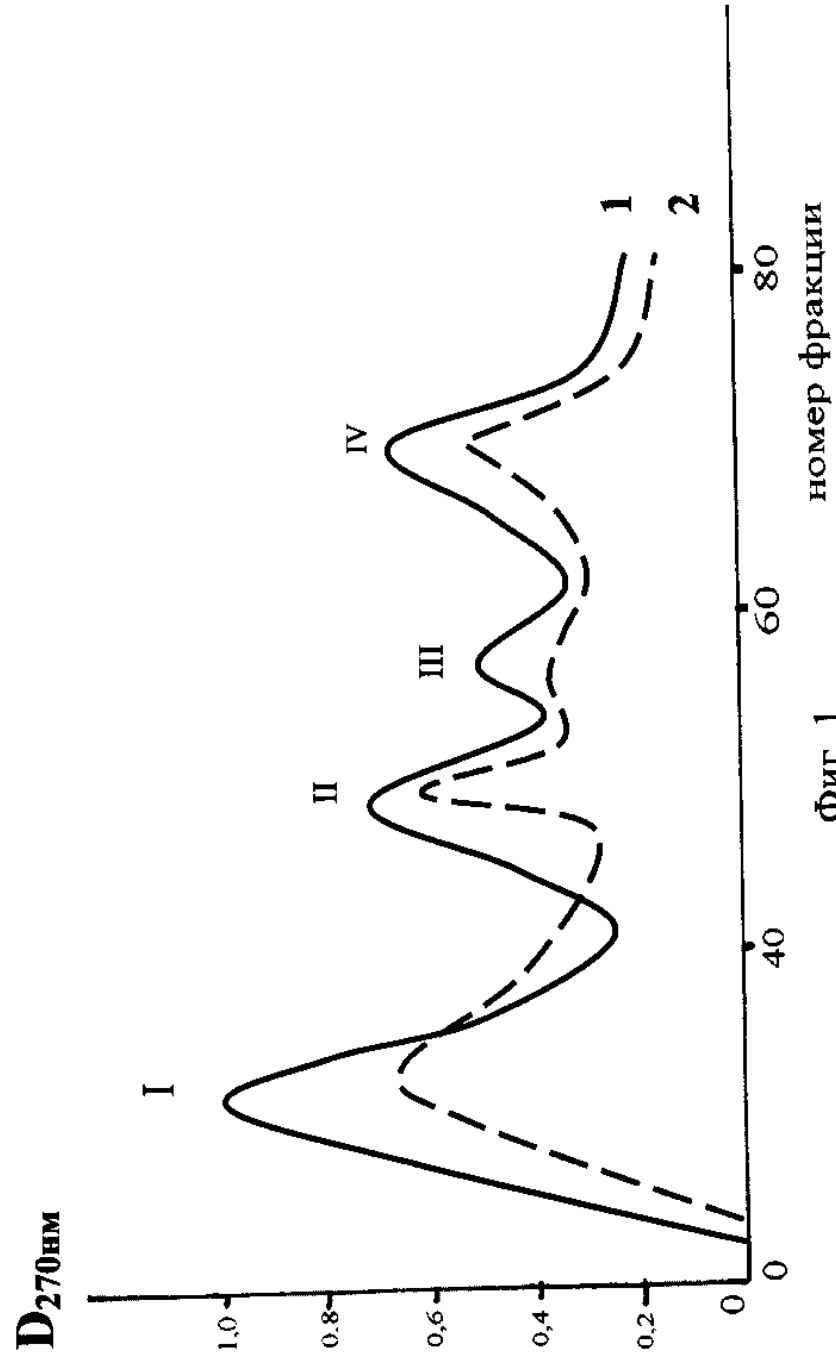
Заказ

Тираж

Подписное

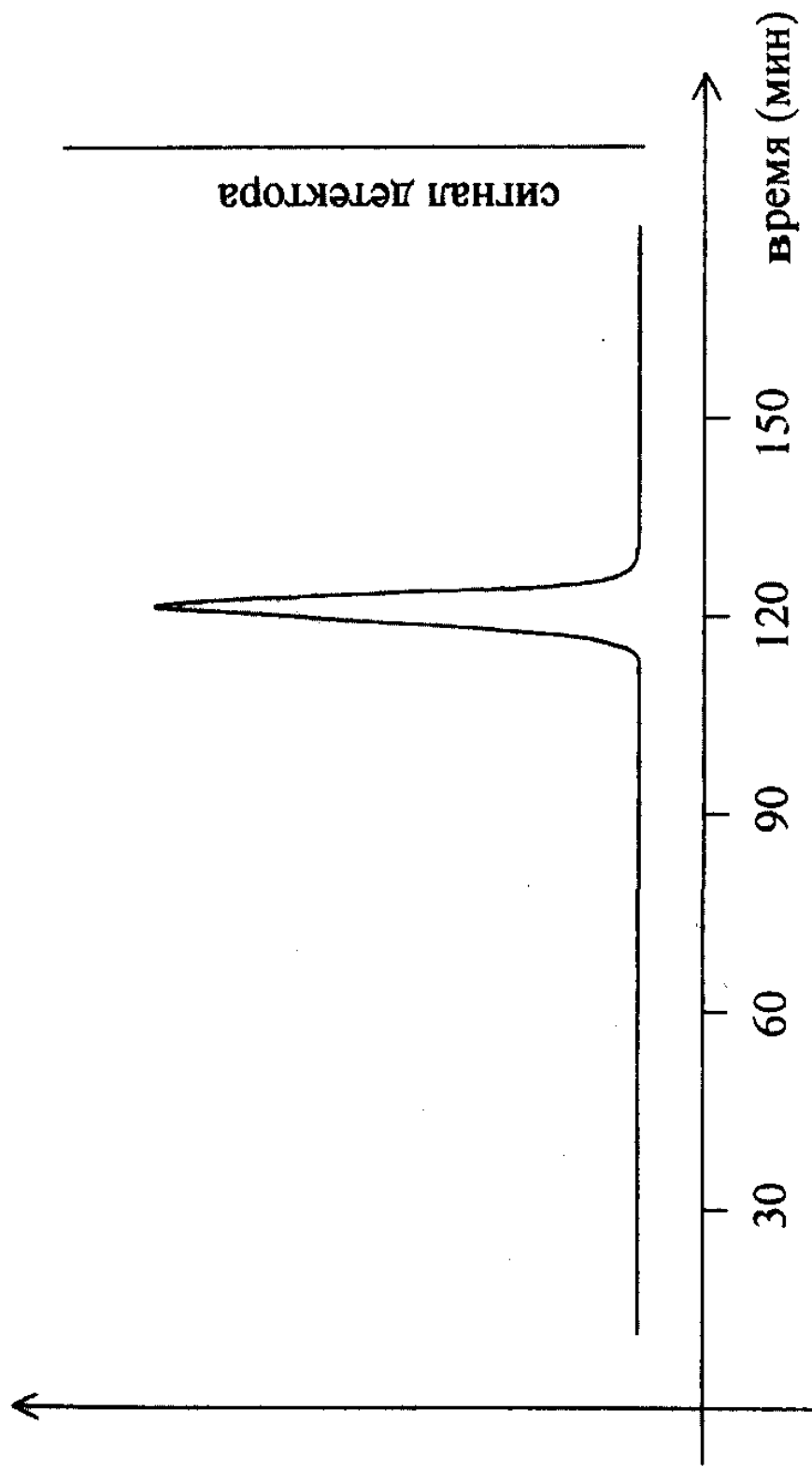
Национальный патентно-информационный центр РТ
734042, г. Душанбе, ул. Айни, 14а.

Способ получения пирокатехина
из растительного сырья



Способ получения пирокатехина
из растительного сырья

Д 270



Фиг. 2