Uproszczona metoda wyizolowania związków flawonowych wzgl. antocjanu

*A simplified method of the isolation of the flavon and anthocyan
compounds*

ANTONI KOZŁOWSKI

Wpłynęło dn. 22. XII. 52 r.

W dawnych pracach posługiwano się alhokolem i suszeniem materiału. Sposób jednak taki był zbyt kosztowny i połączony ze zmianami pożądanych substancyj, jakie wynikały wskutek suszenia. O wiele mniejszy nakład pracy i kosztów a zarazem mniejsze chemiczne zmiany można osiągnąć w poniżej podany sposób:

Świeże płatki białej róży ogrodowej zalano wrzącym, około 0,2% roztworem kwasu szczawiowego; temperatura spadła do około 75°C. Po 10—15 minutach płyn odlano i podczas mieszania zadano małą ilością około 10% roztworu obojętnego octanu ołowiu, który usunął kwas szczawiowy i niektóre zanieczyszczenia (pektyny, białka). Odlany i ostatecznie przefiltrowany płyn zadawano większą ilością roztworu obojętnego octanu ołowiu, jak długo wypadał żółty osad. Ten oddzielono przez odlewanie płynu i przesączenie na lejku Buchnera. Żółtą sól ołowiową rozcierano w moździerzu z alkoholowym roztworem, około 15%, kwasu szczawiowego; odsączono na lejku Buchnera a filtrat ponownie strącono niedużą ilością roztworu octanu ołowiu. Osad przepłukano alkoholem, rozłożono małą ilością alkoholowego roztworu kwasu szczawiowego. Ewentualny nadmiar tego ostatniego usunięto ilościowo roztworem octanu ołowiu; filtrat zagęszczono pod zmniejszonym ciśnieniem; pozostałość zadano małą ilością alkoholu i przefiltrowano; filtrat zadano dużą ilością, uprzednio wodą przepłukanego eteru i pozostawiono w chłodnym miejscu na przeciąg 24 godzin. Wytrącony żółty osad przedstawiał niemal czysty, jakkolwiek bezpostaciowy glukozyd flawonolu.

Taką samą metodą otrzymywano z innych roślin glukozydy flawonów wzgl. antocyjanu.

Posiadając duże ilości materiału, można znanymi metodami sporządzić preparaty krystaliczne. Dla badań jednak fizjologicznych wystarczą z reguły preparaty starannie oczyszczone chociaż bezpostaciowe.

Najważniejsze jest, by cały powyższy przebieg wyizolowania był jak najszybszy, by uniknąć utleniania pożądaných związków a zarazem unikać przy tym reakcji alkalicznej. Dlatego to posługiwano się tu kwasem szczawiowym, który też można łatwo usunąć przy ostatecznym oczyszczaniu substancji.

Charakterystyczne cechy flawonoli są następujące: 1) brunatnienie ich roztworu pod wpływem amoniaku, 2) przeprowadzenie w antocjan przez użycie sproszkowanego cynku lub wstążki magnuszowej dodanej do roztworu flawonolu w około 5% roztworze kwasu solnego.

Flawony dają tę ostatnią reakcję, jeśli zamiast cynku użyjemy rtęci sodowej. Tę sporządzono w znany sposób następujący: do około 100 gm, wodą przepłukanej i starannie bibułą osuszonej rtęci wrzucano około 5 gm pod naftą świeżo obkrojoną a następnie bibułą z nafty otartą kostkę metalicznego sodu. Tę mieszano z rtęcią przy pomocy ostro zakończonej bagietki szklanej; nie dopuszczono przy tym do powstawania płomienia, ostygający stop mieszano bagietką, by powstały drobne grudki. Te przechowywano w szczelnie zatykanym słoiku.

Reakcja negatywna z cynkiem a pozytywna z rtęcią dowodzi obecności tylko flawonu.

Cechy antocjanu są aż nadto dobrze znane. Wystarczy więc tu nadmienić zmianę barwy przy alkalicznej i kwaśnej reakcji oraz przechodzenie w warstwę alkoholu amyłowego antycyanidyny, po uprzedniej hydrolizie antocjaniny w około 5% kwasie solnym przeprowadzonej w ciągu około 30 minut ogrzewania w wodnej wrzącej kąpieli. Z roztworu amyłowego antocyanidyna da się z powrotem przesunąć w warstwę wodną przez ostrożne zalkalizowanie kwaśnym węglanem sodu.

S u m m a r y

Flavon - and anthocyan compounds can be economically and easily obtained by extracting a fresh plant material with hot, about 0.2% solution of oxalic acid, followed after 10—15 minutes by the

precipitation of the substance from the extract by means of a lead acetate solution, decomposition of the lead compound on grinding it with an alcoholic solution of oxalic acid, a second precipitation of the substance from the solution in alcohol by means of lead acetate, the second decomposing in alcohol by oxalic acid, concentration under diminished pressure of the alcoholic, from oxalic acid- and lead free solution, adding a small amount of alcohol, filtration and precipitation with ethyl ether at a low temperature.