

Ricerche sperimentali relative ai costituenti
della pianta indiana *Didymocarpus pedicellata*

Nota II. - Comportamento cromatografico di alcuni costituenti
della *Didymocarpus pedicellata* (*)

Riassunto: Viene riferito sulle prove effettuate per ottenere la separazione cromatografica della pedicina e della pedicellina estratte dalla *Didymocarpus pedicellata*. Vengono indicate le modalità e le condizioni sperimentali adoperate nella cromatografia su carta, su strato sottile e bidimensionale, insieme con gli Rf ottenuti e le quantità minime rivelabili. Vengono infine esaminati e discussi i risultati ottenuti.

Résumé: Des recherches ont été effectuées pour obtenir la séparation chromatographique de la pedicine et la pedicelline extraite de la *Didymocarpus pedicellata*. La méthode et les conditions expérimentales utilisées pour la chromatographie sur papier, sur une épaisseur fine et bidimensionnelle ainsi que le Rf obtenu et les quantités révélables ont été aussi rapportées.

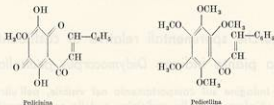
Summary: Research has been carried out to obtain the chromatographic separation of pedicine and pedicelline extracted from the *Didymocarpus pedicellata*. The method and experimental conditions used in the chromatography on paper, on a thin and bidimensional layer together with the Rf obtained and the minimum revealable quantities, has also been reported. Finally the results obtained have been examined and discussed.

In una precedente Nota (1) abbiamo descritto il procedimento da noi messo a punto, sulla base anche di precedenti ricerche di Autori indiani (2, 3, 4, 5), per l'estrazione e la separazione dei costituenti della *Didymocarpus pedicellata*.

Per i principali di tali composti abbiamo anche studiato e riportato le fondamentali caratteristiche chimiche e chimico-fisiche.

* Memoria presentata dall'Accademico DOMENICO MAROTTA.

Continuando i nostri studi sull'argomento, abbiamo voluto applicare alle sostanze isolate dalla *Didymocarpus pedicellata* alcuni tra i moderni procedimenti di indagine chimico-fisici, allo scopo di raccogliere il maggior numero possibile di elementi validi per caratterizzare ed identificare le sostanze stesse.



In questo lavoro vengono quindi riportati :

a) gli spettri di assorbimento nel visibile della pedicelina e nell'ultravioletto della pedicellina, insieme con le curve estinzione-concentrazione di ogni sostanza, determinate alla lunghezza d'onda alla quale ognuna di esse presenta il massimo assorbimento ;

b) gli spettri nell'infrarosso della pedicelina e della pedicellina.

Come corollario vengono infine riportati i risultati della micro-analisi quantitativa elementare, effettuata allo scopo di confermare la composizione chimica percentuale risultante dalle formule sopra riportate.

PARTE SPERIMENTALE.

a) Spettrofotometria nel visibile e nell'ultravioletto.

È stata preparata una soluzione contenente 24 gamma di pedicelina per ml, in alcool metilico per spettrofotometria. Lo spettro di assorbimento (Fig. 1) è stato

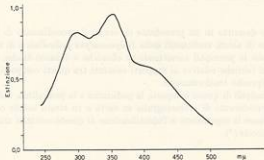


Fig. 1

effettuato con spettrofotometro Beckman DB, adoperando celle da cm 1 di percorso ottico. Si è rilevato un massimo di assorbimento a 350 m μ . A questa lunghezza d'onda è stata determinata la curva estinzione-concentrazione adoperando soluzioni metalliche contenenti 4, 8, 12, e 16 gamma di sostanza per ml (Fig. 2).

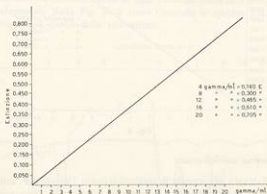


Fig. 2

Per l'esame spettrofotometrico della pedicellina è stata adoperata una soluzione metallica di tale sostanza contenente 10 gamma per ml di prodotto; spettrofotometro e celle come nel caso precedente (Fig. 3).

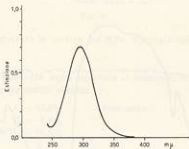


Fig. 3

Il massimo di assorbimento è situato a 295 m μ lunghezza d'onda alla quale è stata successivamente determinata la curva di taratura (Fig. 4), con soluzioni contenenti 2, 4, 6, 8, e 10 gamma di sostanza per ml.

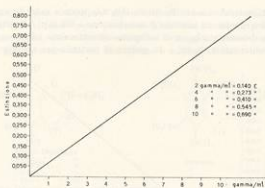


Fig. 4

b) *Spettrofotometria nell'infrarosso.*

È stata effettuata adoperando lo spettrofotometro Unicam S.P. 200. Gli spettri della pedicina e della pedicellina determinati adoperando come solventi il CS_2 ed il $CHCl_3$ non sono risultati significativi, per la interferenza dei solventi nelle regioni di maggiore interesse analitico. Per lo stesso motivo non è risultato efficace l'uso del nujol.

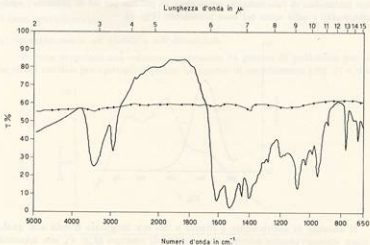


Fig. 5

Si è ricorso infine alla preparazione di pastiche delle 2 sostanze in KBr. A tale scopo è stato adoperato KBr del tipo « per spettroscopia nell'infrarosso » che è stato preventivamente tritato ed essiccato in muffola a 200 °C per 3 ore.

La miscelazione delle due sostanze con l'alogenuro è stata ottenuta per trituazione in mortaio. La concentrazione di ogni sostanza nel KBr è stata di mg 5 per grammo di alogenuro. Nella Fig. N. 5 viene riportato lo spettro I.R. della pedicina, nella Fig. N. 6 quello della pedicellina.

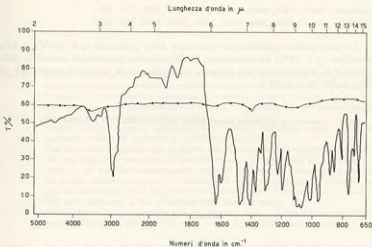


Fig. 6

È stato anche registrato lo spettro del KBr, riportato nelle figure citate come linea punteggiata.

MICROANALISI.

Dalle formule di struttura sopra riportate si calcolano le seguenti percentuali degli elementi e raggruppamenti chimici :

Pedicina :	C = 64,0%	Pedicellina :	C = 67,0%
	H = 4,0%		H = 6,1%
	-OCH ₃ = 10,3%		-OCH ₃ = 43,2%

I risultati della microanalisi quantitativa elementare, effettuata sulla pedicina cristallizzata da cloroformio e sulla pedicellina cristallizzata da etere di petrolio, sono stati i seguenti :

Pedicina :	C = 64,1%	Pedicellina :	C = 67,1%
	H = 4,2%		H = 6,3%
	-OCH ₃ = 10,2%		-OCH ₃ = 43,1%

CONCLUSIONI

L'esame spettrofotometrico della pedicinina ha mostrato che questa sostanza possiede il massimo di assorbimento a 350 m μ ; il massimo di assorbimento della pedicellina è situato a 295 m μ .

La spettrofotometria I.R. delle due sostanze ha rivelato la presenza delle seguenti bande di assorbimento:

pedicinina: cm⁻¹: 3450, 2950, 1660, 1400, 1090, 950, 770, 690;

pedicellina: cm⁻¹: 3450, 2900, 1640, 1480, 1400, 1060, 960, 700.

La microanalisi quantitativa elementare della pedicinina (p.f. 203 °C) e della pedicellina (p.f. 98 °C) ha confermato la composizione percentuale ricavabile dalle formule e la purezza delle due sostanze adoperate per la spettrofotometria nel visibile, nell'U.V. e nell'I.R.

Roma - Laboratorio di Tecnica Farmaceutica dell'Università - 27 novembre 1968.

BIBLIOGRAFIA

(¹) C. GRIPPA, Rend. Accad. Naz. XI, Serie IV, XVIII-XIX, 303 (1967-68).

(²) C. GRIPPA, Rend. Accad. Naz. XI, Serie IV, XVIII-XIX, 311 (1967-68).