

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 pedicitina 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.

Proseguendo le nostre ricerche sull'argomento ci è sembrato interessante e di notevole utilità pratica studiare il comportamento cromatografico dei principi attivi contenuti nella *Didymocarpus pedicellata*.

A tale scopo abbiamo voluto esaminare il comportamento cromatografico su carta della pedicinina e della pedicellina ed anche applicare a tali sostanze la tecnica della cromatografia su strato sottile che, a motivo del suo straordinario potere separatore, dell'alta sensibilità e della notevole rapidità di esecuzione, trova oggi diffusissima applicazione nei più diversi campi analitici.

Trattandosi di sostanze chimicamente piuttosto complesse e che non ci risulta siano state studiate sotto questo punto di vista, abbiamo dovuto iniziare una ricerca di base piuttosto ampia che, dopo vari tentativi, ci ha permesso di accertare quali siano le migliori condizioni per ottenere la separazione dei principi attivi sopra citati, sia per cromatografia su carta che per cromatografia su strato sottile.

Riportiamo qui di seguito i risultati ottenuti, insieme con le condizioni sperimentali adoperate.

1) Separazione per cromatografia su carta (Fig. 1).

Carta Whatman N. 1.

Solvente di eluizione: metanolo, cloroformio, acido formico (4:1:1).

Tempo di eluizione: 3 ore circa.

Temperatura di eluizione: 25°C.

Rivelatore: luce U.V.

Rf: pedicinina: 0,71

pedicellina: 0,91.

2) Separazione per cromatografia su strato sottile. Sistema A (Fig. 2).

Lastre per cromatografia, supporto gel di silice F. 254, Merck.

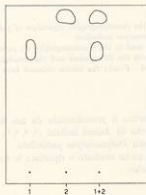


Fig. 1

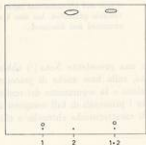


Fig. 2

Solvente di eluizione: acetato di etile, metiletilchetone, acido formico, acqua
(5 : 3 : 1 : 1).

Tempo di eluizione: 2 ore circa.

Temperatura di eluizione: 25°C.

Rivelatore: luce U.V.

Rf: pedicinina: 0,05

pedicellina: 0,95.

3) Separazione per cromatografia su strato sottile. Sistema B (Fig. 3).

Lastre per cromatografia, supporto gel di silice F. 254, Merck.

Solvente di eluizione: acetato di etile, metiletilchetone, acido formico, acqua
(4 : 2 : 2 : 1).

Tempo di eluizione: 2 ore circa.

Temperatura di eluizione: 25°C.

Rivelatore: luce U.V.

Rf: pedicinina: 0,24

pedicellina: 0,95.

4) Separazione per cromatografia su strato sottile. Sistema C (Fig. 4).

Lastre per cromatografia, supporto gel di silice F. 254, Merck.

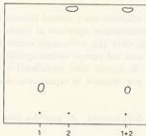


Fig. 3



Fig. 4

Solvente di eluizione: metanolo, acido formico (4 : 1).

Tempo di eluizione: 1 ora circa.

Temperatura di eluizione: 25°C.

Rivelatore: luce U.V.

Rf: pedicinina: 0,06

pedicellina: 0,68.

- 5) Separazione per cromatografia bidimensionale su strato sottile (Fig. 5).
Lastre per cromatografia, supporto di gel di silice F. 254, Merck.
Solventi di eluizione:
I - metanolo, acido formico (4:1
II - acetato di etile, metiletilcheton, acido formico, acqua (4:2:2:1).
Tempo di eluizione: 3 ore circa.
Temperatura di eluizione: 25°C.
Rivelatore: luce U.V.

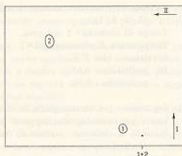


Fig. 5

DISCUSSIONE.

Il procedimento cromatografico su carta offre una buona separazione dei due prodotti, ma è caratterizzato da una sensibilità minore rispetto a quella ottenibile con la cromatografia su strato sottile. Su carta è possibile cromatografare, infatti, quantità delle due sostanze dell'ordine di 5-6 microgrammi, mentre per cromatografia su strato sottile le quantità minime rivelabili alla luce U.V. sono di 0,2-0,3 microgrammi di pedicinina e di 0,1-0,2 microgrammi di pedicellina. La pedicinina inoltre, essendo di colore rosso, può essere visibile ad occhio nudo nella quantità minima di 1-2 microgrammi.

Tutti i vari sistemi cromatografici sopra indicati sono idonei ad effettuare la separazione delle due sostanze studiate.

Tuttavia le separazioni cromatografiche ottenute con i sistemi indicati al punto 1) e 3), oltre che con la cromatografia bidimensionale riportata al punto 5), sono da preferire in quanto sono quelli che danno, oltre alla netta separazione delle due sostanze, anche la migliore dislocazione di esse nel campo cromatografico.

Altri sistemi cromatografici, con l'uso di diversi altri adsorbenti e solventi, da noi provati, non si sono rivelati adatti per ottenere la separazione desiderata.

BIBLIOGRAFIA

- (¹) C. GRIPPA, Rend. Accad. Naz. XL, Serie IV, XVIII-XIX, 303 (1967-68).
(²) S. SIDDIQUI, J. Ind. Chem. Soc., 14, 703 (1937).
(³) V. SHARMA e SALEMUZAMAN SIDDIQUI, J. Ind. Chem. Soc., 16, 519 (1939).
(⁴) S. WARI e S. SIDDIQUI, J. Ind. Chem. Soc., 16, 423 (1939).
(⁵) S. WARI e S. SIDDIQUI, J. Ind. Chem. Soc., 16, 1 (1939).
(⁶) K. RANDEPATH, Cromatografia su strato sottile, Manfredi, Milano (1965).
(⁷) G. SCHOEN, Analisi cromatografica su carta, Soc. Ed. Farmac. Milano (1954).