



223584

EXPEDIENTE:	44136
PATENTE:	62431
CLASE:	09-1

TITULO

**PROCEDIMIENTO PARA LA SUPERACION DE UNA MEZCLA DE HECOGENINA Y LA
TIGOGENINA EN SUS COMPONENTES.**

FECHA:

9 DE MARZO DE 1956.

9 marzo 1956

F.P. 24136
Pat. 62431
CL-09-1

PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE UNA MEZCLA DE

HECOGENINA Y TIGOGENINA EN SUS COMPONENTES.

Inventor: LUIS MIRAMONTES, ciudadano mexicano, ingeniero químico, con domicilio en Juan Vinoco No. 37, Mixcoac, D. F., cede todos sus derechos a PRODUCTOS ESTEROIDES, S. A., sociedad debidamente organizada y constituida de acuerdo con las leyes de la República Mexicana, con domicilio en la Calle 4, Lote 8, Manzana 3, Nueva Zona Industrial, de San Bartolo Naucalpan, Estado de México, por la invención que en seguida se describe.

La presente invención se refiere a un procedimiento para efectuar la separación de la hecogenina y la tigogenina de la mezcla en que se encuentran a partir del jugo obtenido de las hojas de algunas especies de Agave.

Se ha observado que la tigogenina y la hidrazona de la hecogenina presentan ciertas propiedades diferenciales cuyo aprovechamiento adecuado, según más adelante se enseña, permite la separación de dichas sapogeninas por cristalización selectiva en solventes orgánicos o por extracción líquido-líquido.

Este procedimiento constituye un método económico y sencillo para aislar en estado puro esas sapogeninas, que tienen gran importancia como materia prima en la síntesis de estrógenos, principalmente, 19-Nor y esteroides originados en C-11; pues aparte de lo expresado en el párrafo que antecede, hay que añadir que la hecogenina se regenera con relativa facilidad por hidrólisis ácida de su hidrazona, según lo revelan las observaciones que sobre el particular se han hecho.

9 MAR '56 AM



La siguiente descripción de pasos operatorios para la identificación de la índole y peculiaridades novedosas de la invención.

Se refluxan 8 gramos de una mezcla de hucogenina y tigogenina presentes en proporción aproximada de 50% cada una, con 4 ml. de hidrato de hidracina, utilizando 80 ml. de etanol como solvente, hasta que el espectro de absorción en infrarrojo indique que la banda correspondiente al carbonilo ha desaparecido, lo que acontecerá en el lapso aproximado de 14 horas; en seguida se destilan 12 ml. de solvente y se enfría la solución a 0°C. durante dos horas. Los cristales formados se filtran y se lavan con volúmenes pequeños de alcohol previamente enfriado a 0°C. Una vez secados estos cristales pesan de 0.8 a 0.9 g. y corresponden a tigogenina con las siguientes constantes: p. f. 124° - 125°C, $[\alpha]_D^{20} = -47.5^\circ$ (cloroformo), que puede purificarse aún más mediante recristalización de cloroformo-acetona.

Luego de concluida la etapa descrita en el párrafo que antecede, se toma el filtrado que contiene la hidracina de la hucogenina y se ajusta a pH 1 añadiendo solución concentrada industrial de ácido clorhídrico, y se pone en refluxo durante 30 minutos; después la solución se alcaliniza agregando lejía de sodio o de potasa y se destila el solvente hasta tener una formación abundante de cristales; la suspensión se enfría a 0°C. y se filtra, lavando los cristales separados con alcohol frío y con agua en abundancia después. Estos cristales una vez secados pesan de 0.9 a 0.95 g. y corresponden a hucogenina con las siguientes constantes: p.f. 230°-245°C, $[\alpha]_D^{20} = +$ (cloroformo).

De las aguas madres se aísla una mezcla de sapogeninas que conviene volver a tratar en la forma antes descrita, después de cristalizar, ya que cualquier impureza en la mezcla original de sapogeninas se encontrará concentrada en esta parte del procedimiento.

NOVEDAD DE LA INVENCIÓN

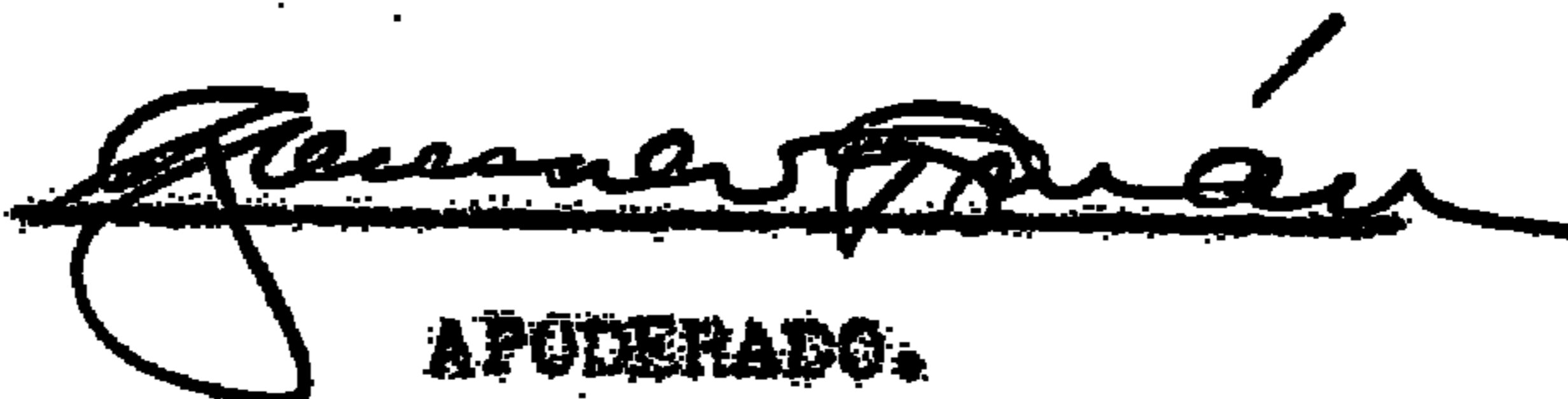
Habiendo descrito el invento, se considera como una novedad y por lo tanto, se reclama como de su propiedad lo contenido en las siguientes cláusulas.

1.- Un procedimiento para la separación de una mezcla de hecogenina y tigogenina en sus componentes, que consiste en poner a reflujar con hidrato de hidracina una mezcla de hecogenina y tigogenina utilizando etanol como solvente, u otro solvente orgánico equivalente, hasta que el espectro de absorción en infrarrojo indique que la banda del carbonilo ha desaparecido; se destila parte del solvente y se enfría la solución por dos horas a 0°C., filtrando y lavando después con alcohol a 0°C. los cristales obtenidos, que son de tigogenina; en seguida se ajusta el filtrado que contiene la hidrogenona de la hecogenina, a pH 1 mediante la adición de ácido clorhídrico, luego se pone a reflujar, se alcaliniza la solución, se destila hasta obtener formación abundante de cristales, se enfría la suspensión a 0°C. y se filtra; finalmente, se lavan en alcohol frío y agua abundante los referidos cristales, que son de hecogenina.

En testimonio de lo cual he firmado la anterior descripción y novedad de la invención, como apoderado de PRODUCTOS ESTEREOI

DES, S. A., en la Ciudad de México, Distrito Federal, hoy día 9 de marzo de 1966.

P.P. de PRODUCTOS ESTEROIDES, S. A.


APODERADO.