



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101759706 B

(45) 授权公告日 2012. 01. 11

(21) 申请号 200910232990. 0

(22) 申请日 2009. 10. 20

(73) 专利权人 苏州派腾生物医药科技有限公司

地址 215011 江苏省苏州市苏州高新技术开
发区阳光假日新苑 63 幢 1412 号

(72) 发明人 王琳 范淦彬

(51) Int. Cl.

C07D 493/10 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101492489 A, 2009. 07. 29, 说明书全文.

CN 1446818 A, 2003. 10. 08, 说明书全文.

CN 1306818 A, 2001. 08. 08, 说明书全文.

审查员 戴年珍

权利要求书 1 页 说明书 2 页

(54) 发明名称

一种白头翁素的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种操作简便、污染小、设备投入少的白头翁素的制备方法, 工艺步骤为: 取白头翁全草粗粉, 加入到 CO₂超临界萃取器中, 乙酸乙酯作为夹带剂, 夹带剂占总萃取溶剂的体积百分比为 2-6%, 萃取压力 10-40MPa, 温度 30-60℃, CO₂流量 1-5ml/g 生药 /min, 萃取时间 100-200min, 得萃取物, 减压回收溶剂, 得油状物, 冷藏, 析出结晶, 分离结晶, 加入热乙醇溶解, 趁热过滤, 取滤液, 回收乙醇, 放置析晶, 分离结晶加入氯仿重结晶。采用本发明制备白头翁素, 产品纯度高, 易于实现产业化放大。

1. 一种白头翁素的制备方法,其特征在于所述的方法包括下列步骤:取白头翁全草粗粉,加入到 CO₂ 超临界萃取器中,乙酸乙酯作为夹带剂,夹带剂占总萃取溶剂的体积百分比为 2-6%,萃取压力 10-40MPa,温度 30-60℃,CO₂ 流量 1-5ml/g 生药 /min,萃取时间 100-200min,得萃取物,减压回收溶剂,得油状物,冷藏,析出结晶,分离结晶,加入热乙醇溶解,趁热过滤,取滤液,回收乙醇,放置析晶,分离结晶加入氯仿重结晶,分离、洗涤、干燥即得。

2. 根据权利要求 1 所述白头翁素的制备方法,其特征在于所述夹带剂占总萃取溶剂的体积百分比为 5%。

3. 根据权利要求 1 所述白头翁素的制备方法,其特征在于所述萃取压力为 20MPa。

4. 根据权利要求 1 所述白头翁素的制备方法,其特征在于所述萃取温度为 45℃。

5. 根据权利要求 1 所述白头翁素的制备方法,其特征在于所述 CO₂ 流量为 2ml/g 生药 /min。

6. 根据权利要求 1 所述白头翁素的制备方法,其特征在于所述萃取时间为 150min。

一种白头翁素的制备方法

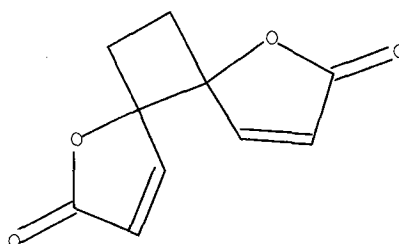
技术领域

[0001] 本发明涉及一种白头翁素的制备方法,尤其是一种从植物中提取白头翁素的方法。

背景技术

[0002] 白头翁素 (Anemonin), 别名 :白头翁脑等。分子式 : $C_{10}H_8O_4$, 分子量 :192. 171, CAS 登录号 :508-44-1, 结构式如下 :

[0003]



[0004] 白头翁素是一种天然化合物,具有抗癌、抗病原微生物等作用,广泛存在于毛茛科植物白头翁 *Pulsatilla chinensis* (Bge.) Regel 等多种植物中。

[0005] 现有技术中,白头翁素的提取分离法主要采用有机溶剂法等,但这些提取工艺得到的白头翁素的含量低,生产过程中污染严重,且不利大生产操作。

发明内容

[0006] 本发明所要解决的技术问题是提供一种利于大生产操作、产品纯度高的白头翁素的制备方法。

[0007] 为解决上述技术问题,本发明采用下列技术方案 :

[0008] 取白头翁全草粗粉,加入到 CO_2 超临界萃取器中,乙酸乙酯作为夹带剂,夹带剂占总萃取溶剂的体积百分比为 2-6%,萃取压力 10-40MPa,温度 30-60℃, CO_2 流量 1-5ml/g 生药 /min,萃取时间 100-200min,得萃取物,减压回收溶剂,得油状物,冷藏,析出结晶,分离结晶,加入热乙醇溶解,趁热过滤,取滤液,回收乙醇,放置析晶,分离结晶加入氯仿重结晶,分离、洗涤、干燥即得。

[0009] 夹带剂占总萃取溶剂的体积百分比为 5%。

[0010] 萃取压力优选为 20MPa。

[0011] 萃取温度优选为 45℃。

[0012] CO_2 流量优选为 2ml/g 生药 /min。

[0013] 萃取时间优选为 150min。

[0014] 采用上述技术方案制备白头翁素,操作简便、污染少、设备投入小,利于大生产操作。

[0015] 下面将结合具体实施方式对本发明做进一步阐述,但本发明要求保护的范围并不局限于下列实施方式。

具体实施方式

[0016] 实施例 1

[0017] 取白头翁全草粗粉 10Kg, 加入到 CO₂ 超临界萃取器中, 乙酸乙酯作为夹带剂, 夹带剂占总萃取溶剂的体积百分比为 2%, 萃取压力 10MPa, 温度 30℃, CO₂ 流量 1ml/g 生药 / min, 萃取时间 100-200min, 得萃取物, 减压回收溶剂, 得油状物, 冷藏, 析出结晶, 分离结晶, 加入热乙醇溶解, 趁热过滤, 取滤液, 回收乙醇, 放置析晶, 分离结晶加入氯仿重结晶, 分离、洗涤、干燥即得白头翁素 9.0g, 经 HPLC 检测, 纯度为 98.9%。

[0018] 实施例 2

[0019] 取白头翁全草粗粉 10Kg, 加入到 CO₂ 超临界萃取器中, 乙酸乙酯作为夹带剂, 夹带剂占总萃取溶剂的体积百分比为 6%, 萃取压力 40MPa, 温度 60℃, CO₂ 流量 5ml/g 生药 / min, 萃取时间 100-200min, 得萃取物, 减压回收溶剂, 得油状物, 冷藏, 析出结晶, 分离结晶, 加入热乙醇溶解, 趁热过滤, 取滤液, 回收乙醇, 放置析晶, 分离结晶加入氯仿重结晶, 分离、洗涤、干燥即得白头翁素 11.7g, 经 HPLC 检测, 纯度为 98.2%。

[0020] 实施例 3

[0021] 取白头翁全草粗粉 10Kg, 加入到 CO₂ 超临界萃取器中, 乙酸乙酯作为夹带剂, 夹带剂占总萃取溶剂的体积百分比为 5%, 萃取压力 20MPa, 温度 45℃, CO₂ 流量 2ml/g 生药 / min, 萃取时间 150min, 得萃取物, 减压回收溶剂, 得油状物, 冷藏, 析出结晶, 分离结晶, 加入热乙醇溶解, 趁热过滤, 取滤液, 回收乙醇, 放置析晶, 分离结晶加入氯仿重结晶, 分离、洗涤、干燥即得白头翁素 13.0g, 经 HPLC 检测, 纯度为 99.7%。