



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101974009 B

(45) 授权公告日 2012. 04. 11

(21) 申请号 201010531934. X

(22) 申请日 2010. 11. 03

(73) 专利权人 西安应化生物技术有限公司

地址 710077 陕西省西安市锦业路 69 号创
业研发园 C601

(72) 发明人 管文佳 张小燕

(51) Int. Cl.

C07D 493/04 (2006. 01)

审查员 吴峥

权利要求书 1 页 说明书 2 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种从蛇床子素提取废液中分离欧前胡素的
工艺

(57) 摘要

本发明公开了一种从蛇床子素提取废液中分离欧前胡素的方法,其包括以下几个步骤:(1) 备料:将蛇床子原料粉碎成 20 目的粉末;(2) 溶剂提取:在原料中加入溶剂,加热搅拌提取,完成后去除药渣;(3) 浓缩:减压浓缩,获得蛇床子素和欧前胡素的混合液;(4) 分离:混合液静置分层后,去掉上清液备用,沉淀用不同浓度碱液析晶得到蛇床子素结晶,将滤液与之前得到的上清液合并,调 pH 至 7~8,然后用溶剂萃取,浓缩、低温静置结晶出欧前胡素粗品;(5) 纯化:用少量溶剂加热溶解结晶后过滤,置低温重结晶。本发明充分提高蛇床子原料的利用价值,在生产高蛇床子素的同时,生产出高含量的欧前胡素,工艺过程简单,生产成本低,收率高。

1. 一种从蛇床子素提取废液中分离欧前胡素的方法,其特征在于:包括以下几个步骤:

(1) 备料:将蛇床子原料粉碎成 20 目的粉末;

(2) 溶剂提取:在原料中加入 60%~80%的甲醇,加热搅拌提取,完成后去除药渣;

(3) 浓缩:减压浓缩,获得蛇床子素和欧前胡素的混合液;

(4) 分离:混合液静置分层后,去掉上清液备用,沉淀用碱液析晶得到蛇床子素结晶,将滤液与之前得到的上清液合并,调 pH 至 7~8,然后用溶剂萃取,浓缩、低温静置结晶出欧前胡素粗品;

(5) 纯化:用少量溶剂加热溶解结晶后过滤,置低温重结晶;

所述步骤 (2) 中加入溶剂量为原料质量的 6~8 倍;

所述步骤 (2) 提取温度为 60~80℃;

所述步骤 (2) 提取时间为每次 1.5h,提取 3~4 次;

所述步骤 (3) 浓缩温度 $\leq 55^{\circ}\text{C}$;

所述步骤 (4) 中萃取使用石油醚或正己烷为水层萃取剂,等水液体积,萃取 3~4 次;

所述步骤 (4) 中石油醚层或正己烷层浓缩成浸膏,用 5~10 倍 98%乙醇溶解结晶,得蛇床子素粗品;

所述步骤 (4) 中萃取后的水液 4℃静置 48h 以上,出粗品欧前胡素;

所述步骤 (5) 中,重结晶溶剂为 98%乙醇,5~10 倍量热溶解后,缩至小于 5 倍体积,4℃静置结晶。

一种从蛇床子素提取废液中分离欧前胡素的工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及植物提取领域,具体涉及欧前胡素的提取纯化方法。

背景技术

[0002] 蛇床子又叫蛇米、野胡萝卜子、野茴香,为伞形科植物蛇床 *Cnidium monnieri* (L.) Cuss. 的干燥成熟果实。此物生于田野、河边、路旁等潮湿之地,全国各地均有分布。夏秋果实成熟时采集,晒干备用。性味:性温,味辛、苦。功能主治:温肾壮阳,燥湿,祛风,杀虫。用于阳痿、宫冷、寒湿带下、湿痹腰痛;外治外阴湿疹、妇人阴痒、滴虫性阴道炎。蛇床子中含蒎烯、异缬草酸龙脑酯 (bornyl isovalerate)、欧芹酚甲醚 (osthol)、二氢欧山芹醇、佛手柑内酯 (berapten)、蛇床子素 (cnidiadin)、异茴芹素 (isopimpinellin) 等有效成分。

发明内容

[0003] 本发明的目的是要提供一种从蛇床子素提取废液中分离欧前胡素的工艺。

[0004] 本发明的技术解决方案,一种从蛇床子素提取废液中分离欧前胡素的工艺,依次包括以下步骤:

[0005] (1) 备料:将蛇床子原料粉碎成 20 目的粉末;

[0006] (2) 溶剂提取:在原料中加入溶剂,加热搅拌提取,完成后去除药渣;

[0007] (3) 浓缩:减压浓缩,获得蛇床子素和欧前胡素的混合液;

[0008] (4) 分离:混合液静置分层后,去掉上清液备用,沉淀用碱液析晶得到蛇床子素结晶,将滤液与之前得到的上清液合并,调 pH 至 7 ~ 8,然后用溶剂萃取,浓缩、低温静置结晶出欧前胡素粗品;

[0009] (5) 纯化:用少量溶剂加热溶解结晶后过滤,置低温重结晶。

[0010] 其中,上述步骤 (2) 中加入的溶剂优选是 60% ~ 80% 的甲醇,用量优选是原料的 6 ~ 8 倍,提取时间优选为每次 1.5h,提取次数优选为 3 ~ 4 次,提取温度优选为 60 ~ 80℃。

[0011] 上述步骤 (3) 中浓缩温度优选为 $\leq 55^{\circ}\text{C}$ 。

[0012] 上述步骤 (4) 中萃取优选使用石油醚或正己烷为水层萃取剂,等水液体积,萃取 3 ~ 4 次,石油醚层或正己烷层浓缩成浸膏,用 5 ~ 10 倍 98% 乙醇溶解结晶,得蛇床子素粗品萃取后的水液 4℃ 静置 48h 以上,出粗品欧前胡素。

[0013] 上述所述步骤 (5) 中,重结晶溶剂优选为 98% 乙醇,5 ~ 10 倍量热溶解后,缩至小于 5 倍体积,4℃ 静置结晶。

[0014] 本工艺具有如下优点:

[0015] 1、充分提高蛇床子原料的利用价值:在生产高蛇床子素的同时,经过简单分离步骤,生产出高含量的欧前胡素;

[0016] 2、工艺过程简单,生产成本低:利用生产蛇床子素过程中的废液,通过调节 PH、溶剂萃取等简单步骤,分离的到欧前胡素,蛇床子素和欧前胡素的成本都大大降低;

[0017] 3、收率高:本工艺在生产 98% 蛇床子素的同时,生产 98% 的欧前胡素,欧前胡素

有效成分回收率可达到 80% 以上。

附图说明

[0018] 图 1 是本发明的工艺流程图。

具体实施方式

[0019] 下面结合具体实施例对本发明作进一步说明,但本发明并不限于以下实施例。

[0020] 实施例 1

[0021] 制备过程:

[0022] 1、粉碎:将蛇床子原料(125kg)粉碎成 20 目左右的粉末,原料太大提取不完全,原料太小残渣不易过滤去除。

[0023] 2、提取、浓缩:将 750L80% 甲醇倒入提取罐中,80℃ 搅拌提取 1.5h,残渣用同样的量再提 2 次,合并滤液,55℃ 减压浓缩至原料与浓缩后溶液质量比为 1 : 1 ~ 1 : 1.5 (尽可能短时间浓缩)。

[0024] 3、分离纯化:将浓缩液静置 1 ~ 2h,去掉上清液备用,将沉淀调节 NaOH 浓度到 0.5% ~ 1%,低温(4℃)静置结晶后过滤出结晶(即蛇床子素,结晶进行重结晶等后处理即可出 98% 成品蛇床子素),收集滤液,与上清液合并,调节 PH 至中性后减压浓缩至原料与浓缩后溶液质量比为 1 : 1 ~ 1 : 1.5,放置至沉淀完全后去掉上清液,将沉淀用等上清液体积的石油醚进行萃取,萃取 3 ~ 4 次,收集萃取完的水液,浓缩至一半体积后低温(4℃)放置 48h 以上结晶,过滤出结晶后用 5 ~ 10 倍量热乙醇重结晶,即可得 1kg 左右的欧前胡素,经检测含量为 98%。

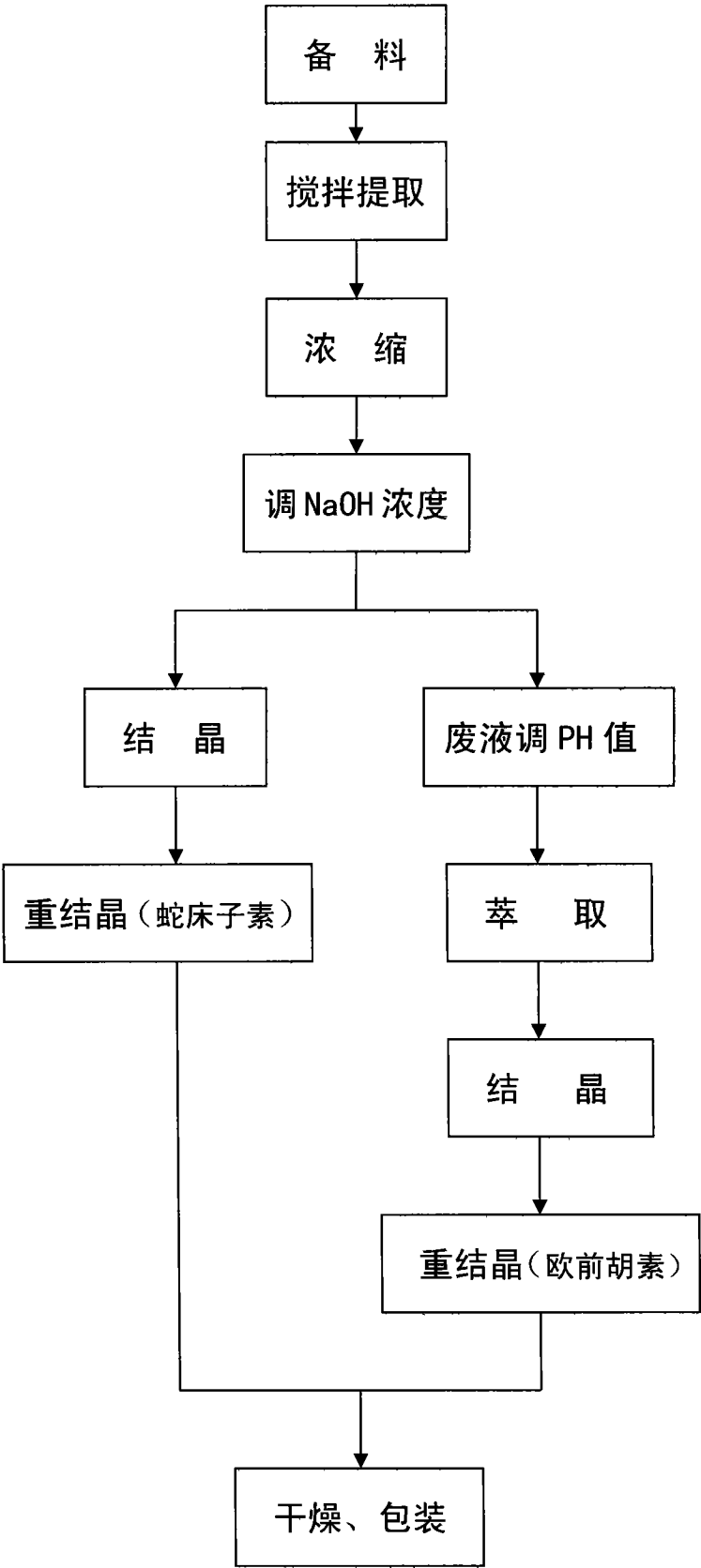


图 1