

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C07D 311/00 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 02113342.5

[45] 授权公告日 2006年6月28日

[11] 授权公告号 CN 1261424C

[22] 申请日 2002.2.5 [21] 申请号 02113342.5

[71] 专利权人 中国科学院地球化学研究所
地址 550002 贵州省贵阳市观水路46号

[72] 发明人 莫彬彬 余德顺 刘毅 代明权
杨军 田弋夫 万固存

审查员 田丁丁

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 2 页

[54] 发明名称

米槁药用成分的提取精制工艺

[57] 摘要

一种提取精制米槁药用有效成分 1, 8 - 桉树脑的方法, 以米槁干燥果实为原料, 经粉碎后投入超临界萃取罐中, 以 CO₂ 为萃取剂, 在一定的温度、压力和 CO₂ 流量下进行萃取, 萃取的精油随 CO₂ 进入精馏柱, 在一定的温度梯度和压力下进行精馏, 得到富含 1, 8 - 桉树脑的米槁精油。本发明的特点是米槁精油得率远远高于传统方法, 大大降低了生产成本, 提取、精制可同时进行, 简化了生产工艺, 萃取时间短, 无环保问题, 工业化可行。

1.一种从米槁干燥果实中提取有效成份并精制的方法，其特征是以超临界 CO₂ 流体萃取技术提取并精制米槁果实中药用成分 1, 8-桉树脑。

2.如权利要求 1 所述的方法，其特征是将粉碎的米槁果实装入萃取罐中，以超临界 CO₂ 为萃取剂，萃取温度为 30-50℃，萃取压力为 9-25Mpa，分离温度为 40-60℃，分离压力为 5 Mpa，达到设置条件后进行动态萃取，得到 1, 8-桉树脑含量大于 15%的米槁精油。

3.如权利要求 1 所述的方法，其特征是将粉碎的米槁果实装入萃取罐中，以超临界 CO₂ 为萃取剂，萃取温度为 30-50℃，萃取压力为 9-25Mpa，达到设置条件后进行动态萃取，萃出的米槁精油随 CO₂ 进入精馏柱，分四段精馏，压力相同，压力范围 8-20Mpa，四段温度自下而上逐渐升高，温度范围 30-80℃，0.5-2.0h 后，从精馏柱底部出料，得到 1, 8-桉树脑含量大于 30%的米槁精油。

4. 如权利要求 3 所述的方法，其特征是将经过萃取并精馏的米槁精油进行再次或多次精馏，精油从加液泵打入萃取罐，萃取温度 30-50℃，萃取压力 9-25Mpa，超临界 CO₂ 将精油带入精馏柱，四段精馏柱压力相同，压力范围 8-20Mpa，温度自下而上逐渐升高，温度范围 30-80℃，精馏 0.5-2h 后，从精馏柱底部出料，可得 1.8-桉树脑含量大于 90%的米槁精油。

米槁药用成分的提取精制工艺

本发明涉及从植物原料中提取药用有效部位及有效成分并精制的方法，具体而言，涉及用超临界流体技术及工艺提取米槁果实中精油成分并进一步精制提取药用成分 1, 8-桉树脑的方法。

米槁 (*C. migao*) 又称大果木姜子，是樟科樟属植物的干燥果实，主要生长在滇、黔、桂、湘四省。民间以米槁入药，对多种疾病有良好的疗效，经研究其药用成分主要存在于精油中，并且未发现其中含有对人体有害的物质成分，是一种理想的新药源。对植物果实精油的提取方法，一般有水蒸气蒸馏法和溶剂提取法。水蒸气蒸馏法提取植物精油，耗时长，一般 3-5h, 甚至更长；提取温度高，大于 100℃, 容易破坏有效成分；提取率低，浪费资源，以米槁为例，精油提取率只有 3-5%，成本难以降低。溶剂法提取植物精油，由于溶剂选择性差，易将很多非有效成分一起提出，影响产物品质，同时溶剂法要消耗大量溶剂，对环境有较大影响，且溶剂回收过程中温度较高，对产物也有影响，溶剂法提取率不高、耗时长，与水蒸气蒸馏法相当。以上两种方法在提取过程中均不能对产物进行精制。因此，在提取米槁精油中的有效成分时，人们迫切需要一种先进的、高效的、对环境影响小、工业化可行的新技术、新方法。经检索，目前尚未见到有关米槁精油及其主要药用成分提取精制技术的专利。

本发明的目的是为了提供一种不使用有机溶剂，能在低温下提取

并精制米槁精油，提取率高、成本低、耗时少、对环境影响小、工业化可行的新的工艺技术。

本发明的任务是：将米槁干燥果实，经粉碎后投入某一流程配置的超临界萃取装置中，以二氧化碳为萃取剂，按设定的温度、压力、CO₂流量进行动态萃取，萃出的精油随CO₂进入精馏柱，精馏柱内填充适当的填料(如不锈钢丝或θ环)，在设定的压力及温度梯度下，在四段精馏柱内进行精馏，精馏一定的时间后，从精馏柱底部接出物料；接出的物料可通过加液泵打入萃取罐再进行一次或多次精馏，得到1,8-桉树脑含量为15-90%的米槁精油。

本发明将通过实施例和工艺流程图加以说明。

图1和图2为本发明所述的超临界流体萃取、精制米槁精油的工艺流程示意图。图中，1、CO₂瓶，2、CO₂储罐，3、主泵4、液料罐，5、加液泵，6、预热器，7、8、萃取罐，9、10、分离罐，11、流量计，12、过滤器，13、精馏柱

实施例1，参照图1，将各10公斤米槁干燥果实粉碎后分别投入两个萃取罐7、8中，开启温控装置，使萃取罐I7温度达到30℃-50℃，分离罐I9温度达到40℃-60℃后，打开CO₂瓶1，CO₂经储罐2到主泵3，开启主泵3，CO₂经预热器6进入萃取罐I7使压力达到9-25Mpa，分离罐I9压力达到5Mpa后，进行动态萃取，并从分离罐I9底部接样，0.5-2h后结束；将阀门切换到萃取罐II8，达到设定

条件后再进行动态萃取，同时进行萃取罐 I 7 的气体回收（CO₂经分离罐 II 10、流量计 11 和过滤器 12 进入储罐 2，循环使用）及出料、投料工作，如此交替进行，得到 1, 8-桉树脑含量 > 15%的米槁精油。

实施例 2，参照图 2，将各 10 公斤米槁干燥果实粉碎后分别投入两个萃取罐 7、8 中，开启温控装置，使萃取罐 I 7 温度达到 30℃-50℃，精馏柱 13 温度达到 30℃-80℃，打开 CO₂瓶 1，CO₂经储罐 2 到主泵 3，开启主泵 3 使萃取罐 I 7 压力达到 9-25Mpa，精馏柱 13 压力达 8-20Mpa 后，进行动态萃取和精馏，精馏柱 13 分为四段，内充填料，温度自下而上逐渐升高，0.5-2h 后结束，从每段精馏柱底部接样；将阀门切换到萃取罐 II 8，达到设定条件后再进行动态萃取、精馏，同时进行萃取罐 I 7 的气体回收（CO₂经分离罐 II 10、流量计 11 和过滤器 12 进入储罐 2，循环使用）及出料、投料工作，如此交替进行，可得到 1, 8-桉树脑含量 > 30%的米槁精油。

实施例 3，参照图 2，将实施例 1 或 2 中得到的精油投入液料罐 4 中，开启温控装置，使萃取罐 I 7 温度达到 30℃-50℃，精馏柱 13 温度达到 30℃-80℃，开启加液泵 5 将精油打入萃取罐 I 7 中，开启主泵 3 使萃取罐 I 7 压力达到 9-25Mpa，精馏柱 13 压力达 8-20Mpa 后，进行动态萃取和精馏，精馏柱 13 分为四段，内充填料，温度自下而上逐渐升高，0.5-2h 后结束，从每段精馏柱底部接样。重复 2-3 次精馏工艺，可得到 1, 8-桉树脑含量 > 90%的米槁精油。

本发明有以下特点：1. 超临界萃取精油得率高，为 15-20%，远高于传统水蒸气法的 3-5%，从而大大降低生产成本。2. 有效成分的萃取和精馏可同时进行，简化了生产工艺，提高生产效率。3. 采用双罐交替萃取，省时、省气(CO₂)。4. 低温萃取，萃取过程在惰性的 CO₂ 中进行，从而保证了产物品质。5. 在超临界萃取精馏的各个工艺阶段及不同工艺条件下, 可得到主要药用成分 1, 8-桉树脑含量不同的产物, 以满足不同用途产品的要求。

图1 米槁有效成分的超临界CO₂萃取流程示意图

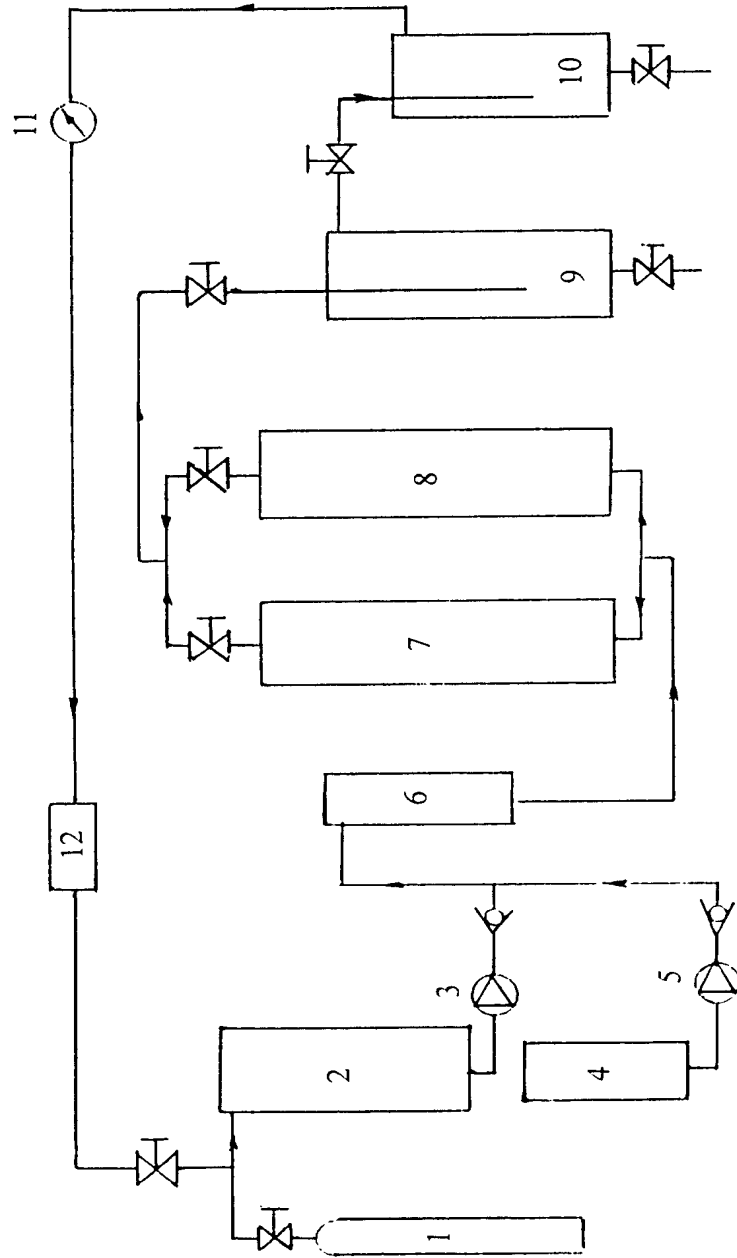


图2 米槁有效成分的超临界CO₂萃取、精制流程示意图

