

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl<sup>7</sup>  
C07D307/77  
B01D 11/02



# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 03117836.7

[43] 公开日 2004 年 11 月 24 日

[11] 公开号 CN 1548430A

[22] 申请日 2003.5.8 [21] 申请号 03117836.7

[71] 申请人 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

共同申请人 贵州中科绿金生物科技有限公司

[72] 发明人 莫彬彬 刘毅 田弋夫 余德顺

杨军 万固存 代明权

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

[54] 发明名称 一种超临界二氧化碳萃取精制丹参药材中丹参酮 II A 的方法

[57] 摘要

本发明涉及一种用超临界二氧化碳萃取技术萃取、精制中药丹参中丹参酮 II A 的方法，其工艺为：将丹参药材粉碎后，与适量的夹带剂搅拌均匀，投入萃取釜中，在 35℃ ~ 60℃ 以及明显低于现有同类技术所使用的压力之下 (9 ~ 25MPa) 先进行静态浸泡 20 ~ 50 分钟，然后在同样的温度、压力条件下进行动态萃取，在 35℃ ~ 60℃，4 ~ 8MPa 条件下分离并接出萃取液，经过过滤、真空浓缩、真空干燥等工艺，可得到 10% ~ 60% 不同规格的丹参酮 II A，再经过重结晶等技术可得到纯度达 90% 以上丹参酮 II A，该技术具有萃取压力低、耗时短、省气 (CO<sub>2</sub>)、工艺稳定、可操作性强，以及生产成本低廉的显著特征，同时也保持了同类技术所具有的丹参酮 II A 含量高、提取率高 (>90%)、低温萃取、夹带用量少等优点。

- 1、一种超临界二氧化碳萃取精制丹参药材及同功效植物（如甘西鼠属）中丹参酮II A的方法，其特征在于萃取压力为9~25MPa，萃取温度为35~60℃，分离压力为4~8MPa，分离温度为35~60℃。
- 2、根据权利要求1所述的萃取精制丹参酮II A的方法，其特征在于夹带剂与丹参药材粉末先混合均匀后再投入萃取釜中，夹带剂为75%~95%食用乙醇，夹带剂与丹参药材用量比例（重量比）为0.5~1.5: 1。
- 3、根据权利要求1和2所述的萃取精制丹参酮II A的方法，其特征在于在萃取压力为9~25MPa，萃取温度为35~60℃的条件下先进行静态浸泡20~50分钟，然后再进行动态萃取；在第I萃取釜进行动态萃取前，将第II萃取釜升到预定的压力、温度下进行静态浸泡，双釜交替进行。

## 一种超临界二氧化碳萃取精制丹参药材中丹参酮II A 的方法

丹参为唇形科植物丹参 (*Salvia miltiorrhiza* Bge) 的干燥根及根茎。丹参是常用的传统中药, 其制剂在临床上应用非常广泛, 丹参具有活血调经, 祛瘀止痛, 养心安神的功效。丹参酮是丹参中所含的总酮类, 是丹参的主要药效成分, 其中丹参酮II A 是中国药典中规定的必检成分之一, 研究表明丹参酮II A 对多种心脑血管病症及皮肤病症有良好效果, 并广泛应用于医药和化妆品领域。

现有的从丹参药材中萃取丹参酮II A 的方法主要为有机溶剂萃取法和超临界二氧化碳萃取法。

有机溶剂萃取法一般采用乙醇为萃取剂, 进行热回流萃取, 经浓缩得到丹参酮浸膏, 该法要使用大量溶剂, 且工艺流程长, 经过长时间较高温度的萃取过程, 丹参酮II A 大量分解, 故浸膏中丹参酮II A 含量很低, 提取率也很低。

超临界二氧化碳萃取技术是一种绿色环保型新技术, 超临界二氧化碳是指压力和温度在临界点 (7.38MPa, 31.3℃) 之上的一种特殊的二氧化碳流体, 它具有接近气体粘度 (扩散性较强) 和液体密度 (溶解性较强) 的特殊性质, 对脂溶性成分具有较好的溶解性, 并且溶解度可随压力、温度的变化而变化。由于萃取温度低, 且在惰性的二氧化碳中进行萃取, 避免了高温分解和氧化, 因此超临界二氧化碳萃取技术非常适合于萃取丹参酮II A 之类的热敏性天然产物。

由于超临界二氧化碳萃取丹参酮具有较好的优越性, 近几年来有较多的研究人员在研究超临界二氧化碳萃取丹参酮的方法, 发表了多篇研究论文, 申请了相关发明专利并且有部分成果已应用到生产中。目前见到的论文或专利, 有如下一个或多个主要特征: 萃取压力过高, 使用较多溶剂, 萃取时间较长。一

般认为超临界二氧化碳萃取丹参酮 II A 的最佳压力在 35~40 MPa, 低于 35 MPa 时提取率下降, 低于 25 MPa 时提取率很低, 甚至很难提取; 有的提取方法使用的有机溶剂量是原料的数倍, 提取时间长达数小时。

本发明提出一种在保持超临界二氧化碳萃取技术特点: 低温萃取、提取率高、产物中丹参酮 II A 含量高的前提下, 能够对丹参进行低压萃取, 萃取时间短、较少使用夹带剂, 且无需夹带剂泵及相应设备的萃取技术, 使超临界二氧化碳萃取丹参酮的设备投资减少, 运行成本下降。

同现有技术相比, 本发明具有以下显著特征: 在明显低的压力条件下将丹参中丹参酮 II A 萃取, 并保持了 90%以上的提取率; 适当调整生产工艺条件可得到丹参酮 II A 含量为 10~60%不同规格的产物, 结合重结晶和柱层析技术可将丹参酮 II A 含量提高到 90%以上; 单釜萃取平均耗时 1 小时以下, 夹带剂用量少, 耗气 (CO<sub>2</sub>) 少。

说明书附图是超临界二氧化碳萃取丹参药材中丹参酮 II A 的工艺流程图。

本发明实施步骤为:

将丹参粉碎后, 与适量的夹带剂均匀混合, 投入萃取釜 I 6 中, 二氧化碳从气瓶 1 放出, 经冷柜 2 进入储罐 3, 通过热水循环加热萃取釜 I 6、分离釜 I 8 至预定温度后, 启动计量泵 4 将储罐 3 中二氧化碳经加热器 5 打入萃取釜 I 6 中, 至预定压力后, 停泵, 在预定的压力、温度下静态浸泡一段时间后启动计量泵 4, 将丹参酮溶液萃出, 在分离釜 I 8 中分离, 二氧化碳经分离釜 II 10、冷柜 2 至储罐 3, 循环使用, 溶液从分离釜 I 8 底部阀 9 接出, 经过过滤、真空浓缩、真空干燥, 得到丹参酮浸膏, 乙醇可回收使用。在萃取釜 I 6 进行动态萃取前, 将萃取釜 II 7 升到预定的压力、温度下进行静态浸泡, 双釜交替进行。

本发明使用的萃取压力为 9~25 MPa, 萃取温度为 35~60℃, 分离压力为 4~8 MPa, 分离温度为 35~60℃, 使用 75~95%食用乙醇为夹带剂, 用量为原料的 0.5~1.5 倍, 单釜静态浸饱时间为 20~50 分钟, 单釜萃取平均耗时为 40~

60 分钟；不同工艺条件可得到不同丹参酮 II A 含量的丹参酮浸膏。

本发明同样适用于与丹参同功效的药材如甘西鼠尾。

#### 实施例 1

将 8kg 丹参粉末与 75%食用乙醇 8kg 混合均匀后投入萃取釜 I 6 中，保持萃取压力 18 MPa，萃取温度 55℃，静态浸泡 50 分钟，再进行动态萃取 20 分钟，从分离釜 I 8 底部阀 9 接出溶液，经过过滤、真空浓缩、真空干燥得含 10%丹参酮 II A 的丹参酮浸膏，提取率大于 93%；在萃取釜 I 6 进行动态萃取前，将已投料的萃取釜 II 7 升到预定的压力、温度下进行静态萃取，双釜交替进行。

#### 实施例 2

将 8kg 丹参粉末与 95%食用乙醇 4kg 混合均匀后投入萃取釜 I 6 中，保持萃取压力 12 MPa，萃取温度 55℃，静态浸泡 35 分钟，再进行动态萃取 20 分钟，从分离釜 I 8 底部阀 9 接出溶液，经过过滤、真空干燥得含 60%丹参酮 II A 的丹参酮浸膏，提取率大于 90%；在萃取釜 I 6 进行动态萃取前，将已投料的萃取釜 II 7 升到预定的压力、温度下进行静态萃取，双釜交替进行。

