



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 53891

(13) A

(51) 7 A61K35/78

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВІНАХІДВИДАЄТЬСЯ ПІД
ВІДПОВІДАЛЬНІСТЬ
ВЛАСНИКА
ПАТЕНТУ

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ЕКСТРАКТУ КОРЕНЯ ВАЛЕРІАНИ

1

(21) 2002010492

(22) 21 01 2002

(24) 17 02 2003

(46) 17 02 2003, Бюл. № 2, 2003 р.

(72) Дем'яненко Дмитро Вікторович, Єгоров Іван
Артемович, Дем'яненко Віктор Григорович(73) НАЦІОНАЛЬНА ФАРМАЦЕВТИЧНА АКА-
ДЕМІЯ УКРАЇНИ(57) Спосіб одержання екстракту кореня валеріани
шляхом екстракції зрідженим газом під тиском по-
дрібненої рослинної сировини, видалення екстра-
генту і виділення готового продукту, який **відрізн-**
яється тим, що як рослинну сировину
використовують подрібнені до розмірів 0,25-0,5 мм
корені валеріани, як екстрагент використовують
дифторохлорометан і ведуть процес із дробовим

2

відбором готового екстракту, здійснюючи екстрак-
цію таким чином, щоб співвідношення загального
об'єму отриманого екстракту до сухої маси вихід-
ної сировини становило 3,81-4,21, екстракцію
проводять протягом щонайменше 3 годин, при
цьому перші 10-15 хвилин відбирають стільки дробових
об'ємів екстракту, щоб їхній сумарний об'єм
становив не більше третини від загального об'єму
готового екстракту і дорівнював сумарному об'єму
екстракту, відібраному протягом наступних 45-50
хвилин, об'єм разового зливу протягом перших
двох годин екстракції не перевищував 1/18-1/18
від загального об'єму готового екстракту, а сумар-
ний об'єм екстракту, одержаного за третю годину
екстракції, складав від 1/10 до 1/4 об'єму готового
екстракту

Винахід відноситься до фармацевтичної про-
мисловості і може бути використаний при одер-
жанні готових лікарських засобів, що включають
екстракт валеріани як лікарську субстанцію.

Відомий процес екстракції кореня валеріани
(Заявка РСТ WO01/ 07063, МПК А61 ДО35/78,
опубл. 1 02 2001 р.), згідно з яким корені валеріани
(Radix Valerianae offic. L.) обробляють екстрагентом,
що містить від 30 до 100% етилового спирту і
від 0 до 70% води. Цільовий продукт має седатив-
ну дію і може бути використаний у рідкій формі або
попередньо висушеним. Спосіб недостатньо тех-
нологічний і, крім того, не дозволяє цілком виділи-
ти всі присутні в коренях біологічно активні речо-
вини.

Відомий спосіб одержання порошкоподібного
екстракту коренів валеріани (Патент США
5211948, МПК А61К35/78, А23G 03/30, опублікова-
ний 18 05 1993 р.), відповідно до якого екстракцію
коренів валеріани ведуть водою при співвідно-
шенні сировина екстрагент 1:6 - 1:7, з наступним
осадженням баластових речовин етиловим спир-
том або ацетоном. Недоліком є втрата окремих
цінних складових частин у біологічному комплексі
коренів валеріани при використанні для екстракції
води, що викликано конкуруючим екстрагуванням
менш цінних речовин при такому співвідношенні

продукт екстрагент

Найбільш близьким за технічним рішенням,
прототипом, є спосіб одержання екстракту коренів
валеріани з високим вмістом валеренової кислоти
(Патент WO 98/13054, МПК А61К35/78, опубліко-
ваний 02 04 98р.), відповідно до якого екстракцію
ведуть під тиском рідким двоокисом вуглецю, у
тому числі з додаванням етанолу як сорозчинника,
з наступним видаленням екстрагенту в атмосферу
і випарюванням сорозчинника під вакуумом.

Недоліком цього способу є досить низький ви-
хід валепотріатного комплексу, тому що, хоча спо-
сіб і дозволяв одержувати екстракт із високим від-
сотковим вмістом валеренової кислоти в масі
екстракту, але загальний вихід екстракту становив
не більш 1,15% від маси повтряно-сухої сировини.

В основу винаходу покладено задачу створен-
ня такого способу одержання екстракту коренів
валеріани, що давав би можливість одержувати
валепотріатний комплекс біологічно активних речо-
вин з досить високим для промислового викори-
стання виходом шляхом використання як екстра-
генту зрідженого під тиском дифторохлорометану
з поетапним проведенням процесу екстракції.

Поставлена задача вирішується тим, що в
спосіб одержання екстракту кореня валеріани
шляхом екстракції зрідженим газом під тиском по-

(13) A

(11) 53891

(19) UA

дрібної рослинної сировини, видалення екстрагенту і виділення готового продукту в якості рослинної сировини використовують подрібнені до розмірів 0,25-0,5мм корені валеріани, як екстрагент використовують дифторохлорометан і проводять процес екстракції протягом принаймні 3 годин із дробовим відбором готового екстракту, здійснюючи екстракцію таким чином, щоб співвідношення загального об'єму отриманого екстракту до сухої маси вихідної сировини склало 3,8 1 - 4,2 1, при цьому перші 10-15 хвилин відбирають стільки дробових об'ємів екстракту, щоб їхній сумарний об'єм становив не більш третини від загального об'єму готового екстракту і дорівнював сумарному об'єму екстракту, відбраному протягом наступних 45-50 хвилин, об'єм разового зливу протягом перших двох годин екстракції не перевищував 1/16-1/18 від загального об'єму готового екстракту, а сумарний об'єм екстракту, одержаного за третю годину екстракції складав від 1/10 до 1/4 об'єму готового екстракту

Спосіб дозволяє одержувати екстракт коренів валеріани з високим виходом валепотріатного комплексу. Крім того, спосіб дозволяє проводити процес більш технологічно, застосовуючи дробовий метод відбору екстракту, що, особливо на першому етапі дозволяє уникнути забивання фільтру

Всі параметри заявленого способу визначені експериментальним шляхом. При співвідношенні загального об'єму отриманого екстракту до сухої маси вихідної сировини меншим, ніж 3,8 1, помітно знижується вихід готового продукту. Збільшення заявленого співвідношення понад 4,2 1 не призводить до подальшого підвищення виходу готового продукту. Оптимальним є співвідношення 3,8 1 - 4,2 1

Вибір дифторохлорометану в якості екстрагенту обумовлений виявленими в експерименті високими екстрагуючими властивостями у відношенні до коренів валеріани та екологічною безпечністю

Подрібнення сухої сировини до розмірів 0,25-0,5мм є оптимальним для даного способу. Більш тонке подрібнення не є технологічним, бо спричиняє забивання фільтрів обладнання, прискорює зношення подрібнюючих механізмів та перегрівання сировини в процесі подрібнення і, як наслідок, втрати частини діючих речовин. Збільшення розмірів часток сировини понад 0,5мм уповільнює процес екстракції при збільшенні витрат екстрагенту і зниженні виходу готової продукції

Застосування дробового методу екстракції шляхом такого технологічного прийому, як порційний відбір (злив) готового екстракту з реактора, дозволяє регулювати витрати екстрагенту, вводити в реактор свіжі порції екстрагенту для оптимізації процесу екстракції. Часові інтервали та об'єми разових зливів готового екстракту визначені експериментальним шляхом

Сукупність ознак заявленого способу невідома з джерел інформації, що дозволяє зробити висновок про його відповідність критерію новизни

Винахід здійснюється таким чином

Приклад I

Вихідні умови співвідношення маси сухої си-

ровини до сумарного об'єму отриманого екстракту становило 1 4

У проточний екстрактор завантажували 170г коренів валеріани, подрібнених до розмірів 0,3мм, і заповнювали дифторохлорометаном, так, щоб тиск насиченого пару розчинника при температурі 20-21°C становив 6-9 атмосфер, через 2-3 хвилини відбирали 40мл екстракту з реактора, що автоматично заповнювався свіжою порцією екстрагенту для підтримки встановленого тиску, аналогічно здійснювали ряд наступних операцій відбору екстракту, відбираючи в сумі за 10-15 хвилин з інтервалом 2-3 хвилини по 40мл екстракту, далі до закінчення першої години екстракції за 50-45 хвилин, що залишилися, відбирали через кожні 9-10 хвилин по 40мл екстракту, після цього за другу годину відбирали через кожні 15 хвилин по 40мл екстракту, проводячи подальший процес екстракції, після чого протягом третьої години здійснювали процес екстракції, відбираючи через кожні 20 хвилин по 40мл екстракту, при цьому загальний об'єм екстракту складав 680мл, при співвідношенні маси узяті сировини до об'єму екстракту 1 4, після видалення розчинника одержали 4,25г густого екстракту, який являв собою чистий валепотріатний комплекс, що становить 2,5% від повітряно-сухої маси сировини

Приклад II

Вихідні умови співвідношення маси сухої сировини до сумарного об'єму отриманого екстракту становило 1 3,8

У проточний екстрактор завантажували 170г коренів валеріани, здрібнених до розмірів часток 0,25мм, і заповнювали дифторохлорометаном, так, щоб тиск насиченого пару розчинника при температурі 20-21°C становив 6-9атм, через 2-3 хвилини відбирали 40мл екстракту з реактора, що автоматично заповнювався свіжою порцією екстрагенту для підтримки встановленого тиску, аналогічно проводили ряд наступних операцій відбору екстракту, відбираючи за перші 10-15 хвилин через кожні 2-3 хвилини по 40мл екстракту, далі до закінчення першої години екстракції за 50-45 хвилин, що залишилися, відбирали через кожні 9-10 хвилин по 40мл екстракту, після цього за другу годину відбирали через кожні 15 хвилин по 40мл екстракту, проводячи подальший процес екстракції, після чого протягом третьої години здійснювали процес екстракції, відбираючи з інтервалом 20 хвилин відповідно по 28, 28 і 30мл екстракту, при цьому спільний об'єм екстракту становив 646мл, при співвідношенні маси узяті сировини до об'єму екстракту рівним 1 3,8, після видалення розчинника одержували 3,4г густого екстракту, що являв собою чистий валепотріатний комплекс, що складає 2% від сухої маси сировини

Приклад III

Вихідні умови співвідношення маси повітряно-сухої сировини до сумарного об'єму отриманого екстракту становило 1 4,2

У проточний екстрактор завантажували 170г коренів валеріани, здрібнених до розмірів 0,5мм, і заповнювали дифторохлорометаном, так, щоб тиск насиченого пару розчинника при температурі 20-21°C становив 6-9 атмосфер, через 2-3 хвилини відбирали 40мл екстракту з реактора, який по-

тим автоматично заповнювався свіжою порцією екстрагенту для підтримки встановленого тиску, аналогічно проводили ряд наступних операцій відбору екстракту, відбираючи за перші 10-15 хвилин з інтервалом 2-3 хвилини по 40мл екстракту, далі до закінчення першої години екстракції за 50-45 хвилин, що залишилися, відбирали через кожні 9-10 хвилин по 40мл екстракту, після цього за другу годину відбирали через кожні 15 хвилин по 40мл екстракту, здійснюючи подальший процес екстракції, після чого протягом третьої години проводили процес екстракції, відбираючи з інтервалом у 20 хвилин відповідно 50, 52 і 52мл екстракту, при цьому загальний об'єм екстракту складав 714мл, при співвідношенні маси повтряно-сухої сировини до об'єму екстракту 1,4,2, після видалення розчинника одержали 5,1г екстракту, який являв собою чистий валепотріатний комплекс, що становить 3% від сухої маси сировини

Приклад IV

Вихідні умови співвідношення маси сухої сировини до сумарного об'єму отриманого екстракту становило 1,3,6

У проточний екстрактор завантажували 170г коренів валеріани, здрібнених до розмірів 0,3мм, і заповнювали дифторохлорометаном, так, щоб тиск насиченого пару розчинника при температурі 20-21°C становив 6-9 атмосфер, через 2-3 хвилини відбирали 40мл екстракту з реактора, що автоматично заповнювався свіжою порцією екстрагенту для підтримки встановленого тиску, аналогічно здійснювали ряд наступних операцій відбору екстракту, відбираючи в сумі за 10-15 хвилин через кожні 2-3 хвилини по 40мл екстракту, далі до закінчення першої години екстракції за 50-45 хвилин, що залишилися, відбирали з інтервалом 9-10 хвилин по 40мл екстракту, після цього за другу годину відбирали через кожні 15 хвилин по 40мл екстракту, здійснюючи подальший процес екстракції, після

чого протягом третьої години проводили процес екстракції, відбираючи через кожні 20 хвилин відповідно 17, 17 і 18мл екстракту, при цьому загальний об'єм екстракту становив 612мл, при співвідношенні маси узятій сировини до об'єму екстракту 1,3,6, після видалення розчинника одержали 3,23г екстракту, який являв собою чистий валепотріатний комплекс, що становить 1,9% від сухої маси сировини

Приклад V

Вихідні умови співвідношення маси сухої сировини до сумарного об'єму отриманого екстракту становило 1,4,4

У проточний екстрактор завантажували 170г коренів валеріани, здрібнених до розмірів 0,4мм, і заповнювали дифторохлорометаном, так, щоб тиск насиченого пару розчинника при температурі 20-21°C становив 6-9 атмосфер, через 2-3 хвилини відбирали 40мл екстракту з реактора, що автоматично заповнювався свіжою порцією екстрагенту для підтримки встановленого тиску, аналогічно проводили ряд наступних операцій відбору екстракту, відбираючи в сумі за перші 10-15 хвилин екстракції з інтервалом 2-3 хвилини по 40мл екстракту, далі до закінчення першої години екстракції за 50-45 хвилин, що залишилися, відбирали через кожні 9-10 хвилин по 40мл екстракту, після цього за другу годину відбирали через кожні 15 хвилин по 40мл екстракту, проводячи подальший процес екстракції, після чого протягом третьої години проводили процес екстракції, відбираючи через кожні 20 хвилин відповідно 62, 63 і 63мл екстракту, при цьому сумарний об'єм екстракту становив 748мл, при співвідношенні маси узятій сировини до об'єму екстракту 1,4,4, після видалення розчинника одержали 5,1г екстракту, що представляв собою чистий валепотріатний комплекс, що становить 3% від сухої маси сировини

Таблиця

Приклади	1	2	3	4	5
Співвідношення маси сухої сировини (г) до об'єму екстракту (мл)	1,4,0	1,3,8	1,4,2	1,3,6	1,4,4
Вихід валепотріатного комплексу від маси сировини, %	2,5	2	3	1,9	3
Розмір часток подрібненої сировини, мм	0,3	0,25	0,5	0,3	0,4

Дані з прикладів, наведені в таблиці, показують, що, використовуючи параметри способу винаходу (приклади I-III), одержують валепотріатний комплекс із високим виходом готового продукту, що відповідає практично повному вмісту біологічно активних речовин у сировині. Спосіб за прикладом IV призводить до зниження виходу готової продукції. Реалізація способу за прикладом V недоцільна внаслідок перевитрат екстрагенту без збільшення виходу готової продукції

Інші параметри винаходу не зв'язані безпосередньо з виходом комплексу, але у випадку їхнього недотримання вихід може помітно знизитися за рахунок утруднення фільтрації, втрати екстрагенту і діючих компонентів в інших варіантах

Запропонований спосіб одержання екстракту кореня валеріани дозволяє одержати якісний готовий продукт з високим вмістом валепотріатного комплексу, є технологічним, реалізується на стандартному обладнанні