

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C07C 39/21

C07C 37/70



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200310108968.8

[43] 公开日 2005年6月1日

[11] 公开号 CN 1621401A

[22] 申请日 2003.11.28

[21] 申请号 200310108968.8

[71] 申请人 张浩

地址 321100 浙江省兰溪市自由路白酒巷5
号634室

[72] 发明人 张浩

权利要求书1页 说明书3页

[54] 发明名称 一种从虎杖中提取高纯度白藜芦醇的方法

[57] 摘要

一种从虎杖中提取高纯度白藜芦醇的方法。将经过前处理的虎杖干燥根茎粗粉加入一定量的有机溶剂回流提取，回收溶剂后，采用不同极性的溶剂进行回流操作，回收部分溶剂，离心，沉淀经水和吸附剂处理后得到高纯度白藜芦醇结晶。具有如下优点：工艺流畅，操作简便，设备简单，溶剂损失少，产品得率高。

ISSN 1008-4274

1. 一种从虎杖中提取高纯度白藜芦醇的方法，其特征在于用下述方法实现：

(1) .将虎杖药材加入 2 倍量的水浸泡 48—72 小时后，捞出晒干，粉碎成细粉，备用；

(2) .加入有机溶剂回流提取 2 次，有机溶剂用量按其体积配比分别为原料的 3—5 倍、2—4 倍，提取时间分别为 1、0.5 小时，合并各次提取液，减压回收有机溶剂，得固体残留物；

(3) .将所得的固体残留物按其体积配比加入 100 倍量的乙醇溶液，回流提取 15 分钟，冷却过滤，滤液回收乙醇，得到白藜芦醇粗结晶，离心后得到粗结晶沉淀；

(4) .将白藜芦醇粗结晶按其体积配比加入 500—2000 倍量的水，0.2 倍量的活性炭，回流提取 15 分钟，趁热过滤，滤液冷却，析出白色针状结晶，过滤得到结晶，经真空干燥即得纯度大于 95% 的白藜芦醇产品。

2. 如权利要求 1 所述的制备方法，其特征是对虎杖药材提取所用的有机溶剂为乙醇、乙酸乙酯、乙酸丙酯、乙酸丁酯中的任一种及其任意配比的混合溶剂。

3. 如权利要求 1 所述的制备方法，其特征是对固体残留物提取所用试剂为乙醇和水的任意配比的混合溶剂。

4. 如权利要求 1 所述的制备方法，其特征是对白藜芦醇粗结晶提取所用试剂为水，吸附剂为活性炭。

一种从虎杖中提取高纯度白藜芦醇的方法

技术领域

本发明涉及一种高纯度白藜芦醇的制备方法，特别是从虎杖中制备高纯度白藜芦醇的方法。

技术背景

白藜芦醇是传统中药虎杖中的有效成分之一，具有抗癌、抗氧化、降血脂、保护肝脏及清除自由基等功效，长用于高血脂、动脉粥样硬化的辅助治疗；也作为高级化妆品中的功能性成分，有祛斑美白的作用。现行获取白藜芦醇主要通过两种途径：一是人工合成；二是从植物中提取。前者技术难度高，设备复杂，所得产品纯度不高，生物活性相对较低。后者提取效率低，生产周期长，工艺相对复杂。在公开号 CN1277954A，名称为“白藜芦醇及白藜芦醇甙的制备方法”的专利中公开的技术方案是：将虎杖根茎用有机溶剂经提取、萃取、浓缩、硅胶柱层析、结晶、重结晶而获得白藜芦醇；公开号 CN1384088A，名称为“一种从虎杖植物中提取白藜芦醇的制备方法”的专利中公开的技术方案是：将虎杖植物经有机合成方法富集后，与复合填充料按配比、在专用高压层析设备中利用氯仿及乙酸乙酯进行加压洗脱而获得白藜芦醇。上述方法均需要特殊层析设备，且溶剂损耗大，工艺流程复杂，故其工业化程度不高，成本居高不下。

发明内容

为克服现有制备方法的不足，本发明采用常规方法制取高纯度白藜芦醇，具有提取效率高、工艺简单、产品纯度高、生产成本低的优点。

本发明的基本工艺方法如下：

1. 药材前处理：

将虎杖药材按其体积配比加入 2 倍量的水，浸泡 48—72 小时，捞出晒干，粉碎备用。

2. 提取：

将经过处理的药材细粉加入有机溶剂回流提取 2 次，有机溶剂用量按其体积配比分别为原料的 3—5 倍、2—4 倍，提取时间分别为 1、0.5 小时，合并各次提取液，减压回收有机溶剂，得固体残留物；

对虎杖药材提取所用的有机溶剂为乙醇、乙酸乙酯、乙酸丙酯、乙酸丁酯中的任一种及其任意配比的混合溶剂。

3. 分离:

将所得的固体残留物按其体积配比加入 100 倍量的乙醇溶液, 回流提取 15 分钟, 冷却过滤, 滤液回收乙醇, 得到白藜芦醇粗结晶, 离心后得到粗结晶沉淀;

对固体残留物提取所用试剂为乙醇和水的任意配比的混合溶剂。

4. 纯化:

将白藜芦醇粗结晶按其体积配比加入 500—2000 倍量的水, 0.2 倍量的活性炭, 回流提取 15 分钟, 趁热迅速抽滤, 滤液冷却, 析出白色针状结晶, 过滤得到结晶, 母液回收套用, 沉淀经真空干燥即得纯度大于 95% 的白藜芦醇产品。

对白藜芦醇粗结晶提取所用试剂为水, 吸附剂为活性炭。

具体实施方式

实例 1

取虎杖药材 1000 克, 加水 2000 毫升浸泡 48 小时, 捞出晒干, 粉碎后过 60 目筛, 加入 3000 毫升乙酸乙酯回流 1 小时, 过滤, 药渣加入 2000 毫升乙酸乙酯回流 30 分钟, 过滤, 合并滤液, 回收乙酸乙酯, 固体残留物加入 1000 毫升 40% 乙醇回流 15 分钟, 放冷后过滤, 滤液回收乙醇至 500 毫升, 放冷后有棕色沉淀析出, 离心得到沉淀, 加入 1000 毫升水、0.2 克活性炭回流 30 分钟, 趁热迅速抽滤, 滤液冷却后析出白色针状结晶, 抽滤, 母液回收套用, 滤饼经 60℃ 真空干燥 6 小时, 粉碎, 得 0.98 克类白色粉末。经高效液相色谱检测含白藜芦醇 98.8%。

实例 2

取虎杖药材 1000 克, 加水 2000 毫升浸泡 72 小时, 捞出晒干, 粉碎后过 60 目筛, 加入 5000 毫升乙酸乙酯回流 1 小时, 过滤, 药渣加入 3000 毫升乙酸乙酯回流 30 分钟, 过滤, 合并滤液, 回收乙酸乙酯, 固体残留物加入 1000 毫升 60% 乙醇回流 15 分钟, 放冷后过滤, 滤液回收乙醇至 300 毫升, 放冷后有棕色沉淀析出, 离心得到沉淀, 加入 2000 毫升水、0.2 克活性炭回流 30 分钟, 趁热迅速抽滤, 滤液冷却后析出白色针状结晶, 抽滤, 母液回收套用, 滤饼经 60℃ 真空干燥 6 小时, 粉碎, 得 1.12 克类白色粉末。经高效液相色谱检测含白藜芦醇 96.7%。

结合以上实例, 本发明与现有技术相比具有以下优点:

1. 采用常规方法进行制备, 所需设备简单, 操作方便、安全;

2. 未采用萃取、层析操作，有机溶剂损失小，对环境没有污染。