



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101805755 B

(45) 授权公告日 2012. 01. 25

(21) 申请号 201010146767. 7

CN 101628857 A, 2010. 01. 20,

(22) 申请日 2010. 04. 14

CN 1385535 A, 2002. 12. 18,

(73) 专利权人 卢昶年

CN 101348805 A, 2009. 01. 21,

地址 546600 广西壮族自治区桂林市荔浦县
荔城镇城笱园工业区 158 号

CN 101338327 A, 2009. 01. 07,

专利权人 卢照凯

CN 1760166 A, 2006. 04. 19,

CN 101628858 A, 2010. 01. 20,

审查员 陈雪梅

(72) 发明人 卢昶年 卢照凯

(74) 专利代理机构 桂林市持衡专利商标事务所
有限公司 45107

代理人 苏家达

(51) Int. Cl.

C12P 7/22 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 1341587 A, 2002. 03. 27,

CN 1384088 A, 2002. 12. 11,

CN 101643754 A, 2010. 02. 10,

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一种从虎杖中提取纯化白藜芦醇的工艺

(57) 摘要

本发明公开了一种从虎杖中提取纯化白藜芦醇的工艺,它是生虎杖药材为原料,加水浸泡利用自身的生物酶进行酶解,碱提后酸沉,所得沉淀脱色处理,析晶,重结晶,干燥即得。与现有技术相比,本发明直接以新鲜药材为原料,不仅有利于药材的粉碎,还可避免药材在干燥过程中对白藜芦醇和虎杖甙的破坏,更主要的是保全了虎杖生药材中的葡萄糖苷酶,无需另外加入生物酶来促进虎杖甙的转化;与传统提取工艺比较,能最大限度的保全目标成分,且因为生产过程中不用再添加任何的生物酶,减少操作环节,降低生产成本,更适合于工业化大生产;而且生产过程中不使用有机溶剂,更利于环保;由本发明方法制得的产品纯度可达 99% 以上,收率可达 1.3% 以上。

1. 一种从虎杖中提取纯化白藜芦醇的工艺,其特征在于:它是生虎杖药材为原料,加水浸泡利用自身的生物酶进行酶解,碱提后酸沉,所得沉淀经脱色处理后析晶,重结晶,干燥即得;

具体包括以下步骤:

1) 取生药材虎杖,粉碎,加水于 10 ~ 50℃条件下浸泡酶解 2 ~ 20 天;所述水的加入量为原料重量的 0.6 ~ 1.2 倍;

2) 所得酶解药液加入 3 ~ 10 倍原料重量的水,加碱调节 pH 值至 8 ~ 10,升温至 30 ~ 60℃提取 1 ~ 3h,过滤,收集提取液;所述的碱为碳酸钠、碳酸氢钠、氢氧化钠或氢氧化钙;

3) 提取液加酸调节 pH 值至 1 ~ 4,收集沉淀;所述的酸为盐酸或硫酸;

4) 所得沉淀水洗至中性后用乙醇溶解,过脱色树脂柱或活性炭柱,收集流出液;所述的脱色树脂柱为大孔树脂柱或中性氧化铝树脂柱;

5) 流出液浓缩,放置析晶,重结晶,即得。

一种从虎杖中提取纯化白藜芦醇的工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及一种从虎杖中提取纯化白藜芦醇的工艺,属于中草药中天然活性成分的提取技术领域。

背景技术

[0002] 虎杖 (Rhizome Polygoni Cuspidati) 为蓼科 Polygonaceae 植物虎杖 Polygonum cuspidatum Sieb. et Zucc., 的干燥根茎和根, 主要分布于山东、河南、陕西、湖北、江西、福建、台湾、云南、四川、贵州、广西。

[0003] 白藜芦醇是虎杖中的一种次生代谢产物, 在干燥的虎杖原料中白藜芦醇的含量仅为 0.1%~0.2%, 虎杖甙的含量在 2.0% 左右, 虎杖甙通过酶解可转化为白藜芦醇。白藜芦醇具有多种生物学活性及药理作用, 已经发现具有抗癌、抗菌、抗氧化、预防心脏病、降血脂和抗诱变等作用。已有的从虎杖中提取白藜芦醇的方法包括溶剂提取、酶解提取、微波提取等, 这些方法中所用的提取溶剂大多是有机溶剂, 而且用量较大, 生产成本较高, 工业化生产过程中存在安全隐患。近年来新出现了以碱从虎杖中提取白藜芦醇的方法, 如公开号为 CN101348805 的中国发明专利, 公开了一种从植物中提取白藜芦醇, 制备白藜芦醇含量分别为 50% 和 98% 产品的新工艺。该方法以植物虎杖、花生红衣或葡萄籽为原料, 用碱提取, 提取液经过调 pH 值、用絮凝剂、澄清剂处理、酶解、过滤, 得到的沉淀物干燥后先获得白藜芦醇含量 50% 的产品; 进一步将该产品用稀碱液洗, 再用水洗至中性, 然后溶于大量热水中, 将水液在室温下放置, 析出沉淀, 过滤干燥后即得到白藜芦醇含量为 98% 的产品。该方法不使用有机溶剂, 宜于工业化生产; 但其工艺较复杂, 在制备过程中仍需加入生物酶进行酶解, 生产成本较高。

发明内容

[0004] 本发明要解决的技术问题是提供一种工艺简单, 以生虎杖药材为原料, 在生产过程中不使用有机溶剂且生产成本低的从虎杖中提取纯化白藜芦醇的工艺。该工艺所得产品的纯度可达 99% 以上, 收率可达 1.3% 以上 (折合成干药材)。

[0005] 为解决上述技术问题, 本发明采用以下技术方案:

[0006] 一种从虎杖中提取纯化白藜芦醇的工艺, 它是生虎杖药材为原料, 加水浸泡利用自身的生物酶进行酶解, 碱提后酸沉, 所得沉淀脱色处理, 析晶, 重结晶, 干燥即得。

[0007] 上述方法具体包括以下步骤:

[0008] 1) 取生药材虎杖, 粉碎, 加水于 10~50℃ 条件下浸泡酶解 2~20 天;

[0009] 2) 所得酶解药液加入 3~10 倍原料重量的水, 加碱调节 pH 值至 8~10, 升温至 30~60℃ 提取 1~3h, 过滤, 收集提取液;

[0010] 3) 提取液加酸调节 pH 值至 1~4, 收集沉淀;

[0011] 4) 所得沉淀水洗至中性后用乙醇溶解, 过脱色树脂柱, 收集流出液;

[0012] 5) 流出液浓缩, 放置析晶, 重结晶, 即得。

[0013] 其中：

[0014] 步骤 1) 中,生药材虎杖粉碎的粒度可为 10 ~ 100 目。水的加入量为原料重量的 0.6 ~ 1.2 倍。酶解的时间与水的温度有关,当水温较低时酶解的时间稍长,水温较高时酶解的时间稍短。

[0015] 步骤 2) 中,所述的碱为碳酸钠、碳酸氢钠、氢氧化钠或氢氧化钙。

[0016] 步骤 3) 中,所述的酸为盐酸或硫酸。

[0017] 步骤 4) 中,所述的脱色树脂柱为大孔树脂柱、中性氧化铝树脂柱或活性炭柱。所述大孔树脂的型号可以是 AB-8、HP-20、D101、D102 等。

[0018] 步骤 5) 中,流出液可浓缩至药材量的 0.02 ~ 0.1 倍后放置析晶。

[0019] 析晶。

[0020] 与现有技术相比,本发明的优点在于：

[0021] 1、本发明直接以新鲜药材为原料,不仅有利于药材的粉碎,还可避免药材在干燥过程中对白藜芦醇和虎杖甙的破坏,更主要的是保全了虎杖生药材中的葡萄糖苷酶,无需再另外加入生物酶来促进虎杖甙的转化;与传统提取工艺比较,能最大限度的保全目标成分,且因为生产过程中不用再添加任何的生物酶,减少操作环节,降低生产成本,更适合于工业化大生产;

[0022] 2、通过碱提酸沉的提取方法代替常规的有机溶剂提取或萃取,工艺更环保,成本更低;

[0023] 3、由本发明所述方法制得的产品纯度高,可达 99% 以上 (HPLC 法测定),收率可达 1.3% 以上 (折合成干药材)。

具体实施方式

[0024] 下面以实施例对本发明作进一步说明,但本发明并不局限于这些实施例。

[0025] 实施例 1

[0026] 将虎杖粉碎,过 20 目筛,称取 50kg (干重 30kg),用 0.7 倍原料重量的水润湿混合均匀后进行酶解,温度控制在 30℃,酶解时间 15 天;在酶解药液中加入原料重量 8 倍的水,用碳酸氢钠调节酶解药液的 PH = 9,升温至 50℃,搅拌提取 2h,过滤;滤液加盐酸调 PH = 3,取出沉淀,水洗至中性后用乙醇溶解,过中性氧化铝柱进行脱色,流出液浓缩至 2.4kg,放置 4h,析出的晶体在相同条件下进行重结晶,干燥,得白藜芦醇白色晶体 0.4kg, HPLC 法检测含量为 99.2%。

[0027] 实施例 2

[0028] 将虎杖粉碎,过 60 目筛,称取 80kg (干重 50kg),用 1 倍原料重量的水润湿混合均匀后进行酶解,温度控制在 40℃,酶解时间 8 天;在酶解药液中加入原料重量 4.4 倍的水,用氢氧化钠调节酶解药液的 PH = 9,升温至 45℃,搅拌提取 2h,过滤;滤液加盐酸调 PH = 4,取出沉淀,水洗至中性以后用乙醇溶解,过活性炭柱进行脱色,流出液浓缩至 6.2kg,放置 8h,析出的晶体在相同条件下进行重结晶,干燥,得白藜芦醇白色晶体 0.68kg, HPLC 法检测含量为 99.1%。

[0029] 实施例 3

[0030] 将虎杖粉碎,过 10 目筛,称取 100kg (干重 60kg),用 1.2 倍原料重量的润湿混合均

匀后进行酶解,温度控制在 50℃,酶解时间 6 天;在酶解药液中加入原料重量 7 倍的水,用氢氧化钙调节酶解药液的 PH = 9,升温至 50℃,搅拌提取 2h,过滤,滤液加盐酸调 PH = 1,取出沉淀,水洗至中性以后用乙醇溶解,过 AB-8 型大孔型脱色树脂柱进行脱色,流出液浓缩至 5.8kg,放置 8h,析出的晶体再用乙醇溶解,浓缩,重结晶,干燥,得白藜芦醇白色晶体 0.78kg, HPLC 法检测含量为 99.5%。

[0031] 实施例 4

[0032] 将虎杖粉碎,过 100 目筛,称取 100kg(干重 60kg),用 0.6 倍原料重量的润湿混合均匀后进行酶解,温度控制在 15℃,酶解时间 20 天;在酶解药液中加入原料重量 10 倍的水,用碳酸钠调节酶解药液的 PH = 8,升温至 30℃,搅拌提取 3h,过滤,滤液加硫酸调 PH = 2,取出沉淀,水洗至中性以后用乙醇溶解,过活性炭柱进行脱色,流出液浓缩至 4.8kg,放置 10h,析出的晶体在相同条件下进行重结晶,干燥,得白藜芦醇白色晶体 0.82kg, HPLC 法检测含量为 99.0%。

[0033] 实施例 5

[0034] 将虎杖粉碎,过 80 目筛,称取 100kg(干重 60kg),用 0.8 倍原料重量的润湿混合均匀后进行酶解,温度控制在 50℃,酶解时间 3 天;在酶解药液中加入原料重量 5 倍的水,用碳酸氢钠调节酶解药液的 PH = 10,升温至 60℃,搅拌提取 1.5h,过滤,滤液加硫酸调 PH = 1.5,取出沉淀,水洗至中性以后用乙醇溶解,过 D101 型大孔树脂柱进行脱色,流出液浓缩至 5.6kg,放置 2h,析出的晶体在相同条件下进行重结晶,干燥,得白藜芦醇白色晶体 0.79kg, HPLC 法检测含量为 99.3%。