

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200710057338.0

[51] Int. Cl.

C07J 71/00 (2006.01)

A61K 36/8945 (2006.01)

[43] 公开日 2008年11月19日

[11] 公开号 CN 101307091A

[22] 申请日 2007.5.16

[21] 申请号 200710057338.0

[71] 申请人 天津科技大学

地址 300222 天津市河西区大沽南路 1038 号

[72] 发明人 褚利华

权利要求书 1 页 说明书 4 页

[54] 发明名称

一种利用超声波处理薯蓣皂苷制备薯蓣皂苷元的方法

[57] 摘要

本发明公开一种利用超声波处理从中药穿山龙或其它薯蓣科植物中提取的薯蓣皂苷，通过超声波的特殊效应裂解其糖链来制备薯蓣皂苷元的方法。包括如下步骤：(1)以一定浓度的乙醇溶液配制含薯蓣皂苷溶液。(2)用超声波处理上述薯蓣皂苷乙醇溶液。(3)静置一定的时间待结晶完全后过滤，将滤饼真空干燥。(4)将干燥后的滤饼用95%的乙醇溶液回流提取其中的薯蓣皂苷元，冷却后，真空浓缩回收乙醇。待冷却至室温后，过滤收集不溶物，干燥得薯蓣皂苷元。与现有直接酸水解法和预发酵法相比，具有生产周期短，无毒，无污染等优点。

1. 一种利用超声波处理从中药穿山龙或其它薯蓣科植物中提取的薯蓣皂苷，通过超声波的特殊效应裂解其糖链制备薯蓣皂苷元的方法。其特征在于包括如下步骤：

(1) 以一定浓度的乙醇溶液配制含薯蓣皂苷溶液；

(2) 用超声波处理上述薯蓣皂苷乙醇溶液；

(3) 静置一定的时间待结晶完全后过滤，将滤饼真空干燥。滤液可作为溶剂溶解薯蓣皂苷，重复使用；

(4) 将干燥后的滤饼用 95%的乙醇溶液回流提取其中的薯蓣皂苷元，同时在提取液中加活性炭脱色除杂质。冷却后，过滤除去活性炭，真空浓缩回收乙醇。待冷却至室温后，过滤收集不溶物，干燥得薯蓣皂苷元。用石油醚重结晶，得白色针状结晶纯品。

2. 根据权利要求 1 的方法所述制备薯蓣皂苷元的方法，其特征在于步骤(1)中，所用乙醇溶液的浓度为 10%~80% (v/v)，所配制的薯蓣皂苷溶液的浓度为 5~10g/L。

3. 根据权利要求 1 的方法所述制备薯蓣皂苷元的方法，步骤(2)中，超声波处理时间 10~120 分钟，温度 10~40℃，所用超声波的功率 200~1200W，超声波的频率 20~80kHz。

4. 根据权利要求 1 的方法所述制备薯蓣皂苷元的方法，步骤(3)中，静置时间 6~24 小时，滤饼真空干燥温度 60~80℃，干燥时间 3~5 小时。

5. 根据权利要求 1 的方法所述制备薯蓣皂苷元的方法，步骤(4)中，滤饼重量(g)与 95%乙醇溶液的体积(mL)比为 1:10~1:20，回流时间 3~5 小时，活性炭的加入量为滤饼重量的 1~3%。真空浓缩回收乙醇，得相对密度为 0.9~1.2 的稠浓缩液。

## 一种利用超声波处理薯蓣皂苷制备薯蓣皂苷元的方法

### 技术领域

本发明涉及利用超声波处理从中药穿山龙或其它薯蓣科植物中提取的薯蓣皂苷来制备薯蓣皂苷元的新方法，属于中药提取新技术领域。

### 背景技术

薯蓣皂苷是植物体内所存在的苷类化合物中的一种。在植物界以蔷薇科、石竹科、薯蓣科和无患子科等含量较多，其中尤以薯蓣科薯蓣属植物中穿龙薯蓣和黄姜薯蓣含量最多。薯蓣皂苷是由薯蓣皂苷元（又称皂素）和糖链连接而成的化合物，组成糖链的单糖通常为葡萄糖、鼠李糖、半乳糖、阿拉伯糖等。此类皂苷经酸水解后，生成含有 27 个碳原子的薯蓣皂苷元。由于薯蓣皂苷元的骨架结构与甾体激素药物结构相似，是合成皮质激素、性激素等多种甾体激素的理想前体，所以在药物合成工业中用于治疗心脑血管疾病、降血脂、抗炎、抗肿瘤、避孕等药物而广泛应用。目前薯蓣皂苷元的生产方法主要有直接酸水解法和预发酵法，这些工艺的缺点是，酸水解过程产生大量废水排入江河，由于酸度大，给环境造成了严重的污染。鉴于这种情况，改进当前的生产方法迫在眉睫。

超声波是频率高于 20kHz，并不引起听觉的弹性波。现普遍认为其空化效应、热效应和机械作用是超声技术在许多领域应用的理论依据。（1）空化作用。液体中往往存在一些真空的或含有少量气体或蒸气的小气泡，这些小气泡尺寸不一。当一定频率的超声波作用于液体时，只有尺寸适宜的小泡能发生共振现象。大于共振尺寸的小泡被驱出液体外，小于共振尺寸的小泡在超声作用下逐渐变大。接近共振尺寸时，声波的稀疏阶段使小泡迅速胀大；在声波的压缩阶段，小泡又突然被绝热压缩直至湮灭。湮灭过程中，导致气泡附近的液体产生强烈的激波，形成局部点的极端高温高压，空化泡崩溃的瞬间其周围极小空间内产生 5000K 以上的高温 and 大约 50MPa 的高压，其温度变化速率达  $10^9\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$ ，并伴生出强烈冲击波和时速达 400km 的微射流，这种极端高压、高温、高射流又是以每秒数万次连续作用产生的，超声空化引起了湍动效应、微扰效应、界面效应、聚能效应。其中湍动效应使边界层减薄，增大传质速率；微扰效应强化了微孔扩散；界面效应增大传质表面积；聚能效应活化了分离物质分子；从而从

整体上强化了化工分离强化过程的传质速率和效果。超声波的空化作用被用于清洗、雾化、乳化及促进化学反应方面。(2)热效应。由于介质吸收超声波以及内摩擦消耗,分子产生剧烈振动,超声波的机械能转化为介质的内能,引起介质温度升高。超声强度愈大,产生的热作用愈强。控制超声强度,可使药物组织内部的温度瞬间升高,加速有效成分的溶出,并不改变成分的性质。(3)机械作用。超声波是机械振动能量的传播,可在液体中形成有效的搅动与流动,破坏介质的结构,粉碎液体中的颗粒,能达到普通低频机械搅动达不到的效果。若28kHz,  $1\text{W}/\text{cm}^2$ 的声强在水中传播,其产生的声压值为242kPa,这就是说,在242kPa的压力下产生2.8万次振动,其最大质点加速度大约为重力加速度的2000倍。机械作用常用于击碎,切割,凝聚等方面。

目前,利用超声波处理从中药穿山龙或其它薯蓣科植物中提取的薯蓣皂苷来制备薯蓣皂苷元的方法,尚未见有关报道。

## 发明内容

为解决现有薯蓣皂苷元生产中产生的大量的酸度、高浓度有机物含量的废水的问题,本发明提供一种产量高,质量好,生产周期短,无毒,无污染的薯蓣皂苷元的制备方法。

本发明技术方案是利用超声波处理从中药穿山龙或其它薯蓣科植物中提取的薯蓣皂苷,通过超声波的特殊效应裂解其糖链,制备薯蓣皂苷元。具体工艺步骤如下:

(1) 以一定浓度的乙醇溶液配制含薯蓣皂苷溶液。

(2) 用超声波处理上述薯蓣皂苷乙醇溶液。

(3) 静置一定的时间待结晶完全后过滤,将滤饼真空干燥。滤液可作为溶剂溶解薯蓣皂苷,重复使用。

(4) 将干燥后的滤饼用95%的乙醇溶液回流提取其中的薯蓣皂苷元,同时在提取液中加活性炭脱色除杂质。冷却后,过滤除去活性炭,真空浓缩回收乙醇。待冷却至室温后,过滤收集不溶物,干燥得薯蓣皂苷元。用石油醚重结晶,得白色针状结晶纯品。

步骤(1)中,所用乙醇溶液的浓度为10%~80%(v/v),所配制的薯蓣皂苷溶液的浓度为5~10g/L。

步骤(2)中,超声波发生器可以用国内弘祥隆制药有限公司的超声波中药提取设备,超声波处理时间10~120分钟,温度10~40℃,所用超声波的功率200~1200W,超声波的频率20~80kHz。

步骤(3)中,静置时间6~24小时,滤饼真空干燥温度60~80℃,干燥时间3~5小时。

步骤(4)中,滤饼重量(g)与95%乙醇溶液的体积(mL)比为1:10~1:20,回流时间3~5小时,活性炭的加入量为滤饼重量的1~3%。真空浓缩回收乙醇,得相对密度为0.9~1.2的稠浓缩液。待冷却至室温后,过滤收集不溶物,干燥得薯蓣皂苷元。用石油醚重结晶,得白色针状结晶纯品。

本发明特征在于使用超声波处理薯蓣皂苷代替酸水解皂苷链上糖基,利用超声波的空化效应、热效应和机械作用达到裂解苷链上糖基的目的。与现有直接酸水解法和预发酵法相比,具有生产周期短,无毒,无污染等优点。其提取率为1.5%~2.1%,而传统直接酸水解法提取率为1.1%~2.0%。纯度与传统的预发酵法相近。

以下结合实施例对本发明作进一步的说明,但本发明也不仅限于实施例的内容。

## 具体实施方式

### 实施例1

准确称取穿山龙薯蓣总皂苷20.0g,用10%乙醇溶液4L配制其溶液。在20℃的温度下,超声波处理时间60分钟,所用超声波的功率1200W,超声波的频率20kHz。超声波处理完毕将处理液转移到10L的圆底烧瓶静置6小时,滤饼在60℃真空干燥3小时,得滤饼重量15.1g。将滤饼转移到1L的圆底烧瓶,加入150mL95%乙醇溶液,再加入0.8g活性炭,回流3小时。真空浓缩回收乙醇,待烧瓶中乙醇的剩余量约为15mL。待冷却至室温后,过滤收集不溶物,干燥得薯蓣皂苷元。用石油醚重结晶,得白色针状结晶纯品3.1g,熔点为196.1~198.3℃。

### 实施例2

准确称取穿山龙薯蓣总皂苷20.0g,用80%乙醇溶液2L配制其溶液。在40℃的温度下,超声波处理时间60分钟,所用超声波的功率1200W,超声波的频率80kHz。超声波处理完毕,将处理液转移到10L的圆底烧瓶静置12小时,滤饼

在 60℃真空干燥 3 小时，得滤饼重量 12.1g。将滤饼转移到 1L 的圆底烧瓶，加入 120mL95%乙醇溶液，再加入 0.6g 活性炭，回流 5 小时。真空浓缩回收乙醇，待烧瓶中乙醇的剩余量约为 15mL。待冷却至室温后，过滤收集不溶物，干燥得薯蓣皂苷元。用石油醚重结晶，得白色针状结晶纯品 5.8g，熔点为 197.1~198.7℃。

### 实施例 3

准确称取穿山龙薯蓣总皂苷 20.0 g，用 75%乙醇溶液 4L 配制其溶液。在 20℃ 的温度下，超声波处理时间 120 分钟，所用超声波的功率 800W，超声波的频率 40kHz。超声波处理完毕将处理液转移到 10L 的圆底烧瓶静置 6 小时，滤饼在 80℃真空干燥 5 小时，得滤饼重量 11.8g。将滤饼转移到 1L 的圆底烧瓶，加入 200mL95%乙醇溶液，再加入 0.5g 活性炭，回流 5 小时。真空浓缩回收乙醇，待烧瓶中乙醇的剩余量约为 15mL。待冷却至室温后，过滤收集不溶物，干燥得薯蓣皂苷元。用石油醚重结晶，得白色针状结晶纯品 7.1g，熔点为 197.1~198.5℃。