



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106749114 B

(45)授权公告日 2019.02.22

(21)申请号 201710102183.1

(22)申请日 2017.02.24

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 106749114 A

(43)申请公布日 2017.05.31

(73)专利权人 中国农业科学院麻类研究所
地址 410205 湖南省长沙市岳麓区咸嘉湖
西路348号

(72)发明人 谭志坚 王朝云 周晚来 易永健
汪洪鹰 杨媛茹

(74)专利代理机构 北京弘权知识产权代理事务
所(普通合伙) 11363
代理人 逯长明 许伟群

(51)Int.Cl.
C07D 305/14(2006.01)

(56)对比文件

WO 2007001121 A1,2007.03.28,全文.
CN 103450120 A,2013.12.18,说明书实施
例1.
Gun-Joong Kim 等.“Enhancement of
extraction efficiency of paclitaxel from
biomass using ionic liquid-methanol co-
solvents under acidic conditions”.
《Process Biochemistry》.2015,第50卷第989-
996页.

审查员 陈昶

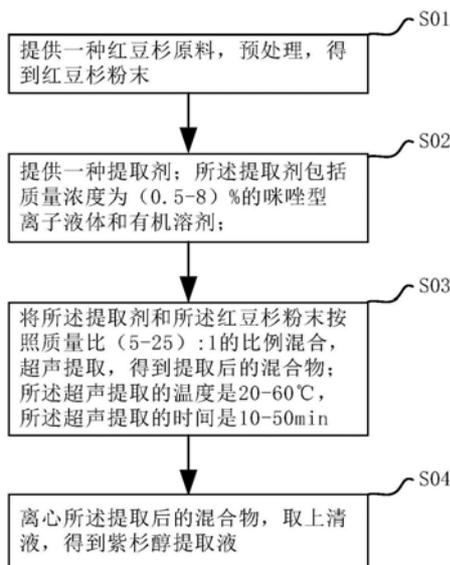
权利要求书1页 说明书10页 附图7页

(54)发明名称

一种从红豆杉中提取紫杉醇的方法

(57)摘要

本申请公开一种从红豆杉中提取紫杉醇的方法,采用包括有机溶剂和咪唑型离子液体的提取剂,从80目红豆杉粉末中超声提取紫杉醇。使用本申请实施例提供的从红豆杉中提取紫杉醇的方法,当提取剂中甲醇水溶液体积浓度是60%、离子液体1-丁基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁的质量浓度是1.17%,液固比是10.5:1,超声提取温度是40℃,超声提取时间是30.17min时,从红豆杉粉末中提取紫杉醇的提取率达到0.2299mg/g。由此可知,采用本申请提供的方法,从红豆杉中提取紫杉醇,能够有效提高提取率、减少提取过程中有机溶剂甲醇的使用量,同时缩短提取时间。



1. 一种从红豆杉中提取紫杉醇的方法,其特征在于,包括如下步骤:
步骤一、提供一种红豆杉原料,预处理,得到红豆杉粉末;
步骤二、提供一种提取剂;所述提取剂包括质量浓度为(0.5-8)%的1-丁基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁液体和有机溶剂;
步骤三、将所述提取剂和所述红豆杉粉末按照质量比(5-25):1的比例混合,超声提取,得到提取后的混合物;所述超声提取的温度是20-60℃,所述超声提取的时间是10-50min;
步骤四、离心所述提取后的混合物,取上清液,得到紫杉醇提取液。
2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述1-丁基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁液体的质量浓度为1.0%。
3. 根据权利要求2所述的方法,其特征在于,将所述提取剂和所述红豆杉粉末按照10:1的比例混合。
4. 根据权利要求3所述的方法,其特征在于,所述超声提取的温度为40℃。
5. 根据权利要求4所述的方法,其特征在于,所述超声提取的时间为30min。
6. 根据权利要求5所述的方法,其特征在于,所述红豆杉粉末的粒度为80目。
7. 根据权利要求6所述的方法,其特征在于,所述有机溶剂是体积浓度为60%的甲醇水溶液。
8. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,将所述提取剂和所述红豆杉粉末按照10.5:1的比例混合,超声提取,得到提取后的混合物;所述超声提取的时间是30.17min;其中,所述提取剂中离子液体的质量浓度为1.17%。

一种从红豆杉中提取紫杉醇的方法

技术领域

[0001] 本申请涉及绿色过程化学领域,尤其涉及一种从红豆杉中提取紫杉醇的方法。

背景技术

[0002] 紫杉醇是存在于某些特定天然植物中的五环三萜类化合物,结构式如图1所示。纯物质的紫杉醇呈白色结晶体粉末,无臭、无味,难溶于水,易溶于氯仿、丙酮等有机溶剂。紫杉醇具有独特的抗癌、抗肿瘤作用。

[0003] 紫杉醇主要从红豆杉科植物中提取。例如,在红豆杉科植物红豆杉的干燥根、枝叶以及树皮中均含有紫杉醇,但是含量较低,以红豆杉树皮为例,紫杉醇含量仅为树皮干重的0.01%。自然条件下,红豆杉生长速度缓慢,再生能力差,是世界上公认濒临灭绝的天然珍稀抗癌植物,因此,提高红豆杉中紫杉醇的提取率显得非常必要。从红豆杉中提取紫杉醇的方法基本分为四种:有机溶剂提取法、细胞培养法、生物酶解法以及超临界二氧化碳法;其中,应用最多的是有机溶剂提取法,尤其是低级醇提取法,例如乙醇或甲醇。然而,在用乙醇从红豆杉中提取紫杉醇时,提取物中含有大量的糖类等水溶性杂质,直接影响到后续纯化步骤的效率。虽然现有的技术可以通过萃取法去除杂质,即将乙醇提取物用二氯甲烷溶解,再用水进行萃取以去除杂质,但是操作繁杂,且紫杉醇的损失量大。另外,采用常规的有机溶剂提取法提取紫杉醇,所需的回流或浸提时间长,不仅提取效率低,还无法规避由于大量使用有机溶剂而造成环境污染的问题。

发明内容

[0004] 本申请提供一种从红豆杉中提取紫杉醇的方法,以解决现有技术中提取效率低的问题。

[0005] 本申请实施例提供一种从红豆杉中提取紫杉醇的方法,包括:

[0006] 步骤一、提供一种红豆杉原料,预处理,得到红豆杉粉末;

[0007] 步骤二、提供一种提取剂;所述提取剂包括质量浓度为(0.5-8)%的咪唑型离子液体和有机溶剂;

[0008] 步骤三、将所述提取剂和所述红豆杉粉末按照质量比(5-25):1的比例混合,超声提取,得到提取后的混合物;所述超声提取的温度是20-60℃,所述超声提取的时间是10-50min;

[0009] 步骤四、离心所述提取后的混合物,取上清液,得到紫杉醇提取液。

[0010] 可选地,所述咪唑型离子液体包括氯化1-胺丙基-3-甲基咪唑、氯化1-羟乙基-3-甲基咪唑、溴化1-丁基-3-甲基咪唑、1-羟乙基-3-甲基咪唑四氯化铁、1-乙基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁、1-丁基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁、1-己基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁和1-辛基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁中的至少一种。

[0011] 优选地,所述咪唑型离子液体是1-丁基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁液体。

[0012] 优选地,所述1-丁基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁液体的质量浓度为1.0%。

- [0013] 优选地,将所述提取剂和所述红豆杉粉末按照10:1的比例混合。
- [0014] 优选地,所述超声提取的温度为40℃。
- [0015] 优选地,所述超声提取的时间为30min。
- [0016] 优选地,所述红豆杉粉末的粒度为80目。
- [0017] 优选地,所述有机溶剂是体积浓度为60%的甲醇水溶液。
- [0018] 优选地,将所述提取剂和所述红豆杉粉末按照10.5:1的比例混合,超声提取,得到提取后的混合物;所述超声提取的时间是30.17min;其中,所述提取剂中离子液体的质量浓度为1.17%。
- [0019] 本申请实施例提供一种从红豆杉中提取紫杉醇的方法,采用包括有机溶剂和咪唑型离子液体的提取剂,从80目红豆杉粉末中超声提取紫杉醇,液固比的可选范围是(5-25):1、优选10:1,离子液体质量浓度的可选范围是(0.5-8)%、优选1.0%,超声提取温度的可选范围是20-60℃、优选40℃,超声提取时间的可选范围是10-50min、优选30min;利用本申请实施例提供的从红豆杉中提取紫杉醇的方法,当提取剂中甲醇水溶液体积浓度是60%、离子液体1-丁基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁的质量浓度是1.17%,液固比是10.5:1,超声提取温度是40℃,超声提取时间是30.17min时,从红豆杉粉末中提取紫杉醇的提取率达到0.2299mg/g。由此可知,采用本申请提供的方法,从红豆杉中提取紫杉醇,能够有效提高提取率、减少提取过程中有机溶剂甲醇的使用量,同时缩短提取时间。

附图说明

- [0020] 为了更清楚地说明本申请的技术方案,下面将对实施例中所需要使用的附图作简单地介绍,显而易见地,对于本领域普通技术人员而言,在不付出创造性劳动性的前提下,还可以根据这些附图获得其他的附图。
- [0021] 图1为紫杉醇结构式示意图;
- [0022] 图2为根据本申请实施例1示出的从红豆杉中提取紫杉醇的方法流程图;
- [0023] 图3为根据本申请实施例2示出的从红豆杉中提取紫杉醇的方法流程图;
- [0024] 图4为根据本申请实施例3示出的从红豆杉中提取紫杉醇的方法流程图;
- [0025] 图5为根据本申请实施例4示出的从红豆杉中提取紫杉醇的方法流程图;
- [0026] 图6为根据本申请实施例5示出的从红豆杉中提取紫杉醇的方法流程图;
- [0027] 图7为根据本申请实施例6示出的从红豆杉中提取紫杉醇的方法流程图;
- [0028] 图8为根据本申请实施例8示出的从红豆杉中提取紫杉醇的方法流程图。

具体实施方式

[0029] 红豆杉属植物是一类古老的植物类群,全世界有11种,分布于北半球的温带至热带地区。紫杉醇是红豆杉属植物中的一种复杂的次生代谢产物,也是目前所了解的惟一种可以促进微管聚合和稳定已聚合微管的药物。从红豆杉的树皮、树根和树叶中提取出的紫杉醇对多种晚期癌症疗效突出,被称为“治疗癌症的最后一道防线”。临床研究,紫杉醇主要适用于卵巢癌和乳腺癌,对肺癌、大肠癌、黑色素瘤、头颈部癌、淋巴瘤、脑瘤也都有一定疗效。

[0030] 如图2所示,本申请实施例提供一种从红豆杉中提取紫杉醇的方法,包括如下步

骤:

[0031] 步骤S01、提供一种红豆杉原料,预处理,得到红豆杉粉末;

[0032] 本申请实施例选用的红豆杉原料是重庆市碚圣医药科技股份有限公司提供的曼地亚红豆杉,其种植期为20年。在步骤S01中,对红豆杉原料进行预处理包括:

[0033] 步骤S010、取新鲜的红豆杉叶,置于50℃干燥箱中烘干至恒重;

[0034] 具体地,将红豆杉叶尽量不堆叠地放在培养皿、蒸发皿或其他干燥用置物盘中;将所述干燥箱设置为:升温至50℃后恒温4h;待干燥箱的温度升至50℃后,将所述红豆杉叶置于干燥箱中,开始烘干并计时;2h后,取出红豆杉叶并立即将其转移至装有硅胶颗粒的干燥器中,冷却至室温后,取出称重并记录;再将该红豆杉叶置于干燥箱中,继续烘干并计时;0.5h后,再次取出红豆杉叶并立即将其转移至装有硅胶颗粒的干燥器中,冷却至室温后,取出称重并记录;重复上述操作,每烘干0.5h取出称重,直至连续三次测得的重量相等,不再继续烘干。

[0035] 步骤S020、采用粉碎机对步骤S010得到的恒重红豆杉叶进行破碎,过80目筛,取筛下的红豆杉粉末。

[0036] 需要说明的是,根据所选红豆杉科植物部位的不同,或树皮,或树根,或树叶,上述步骤S01的预处理方法也有所不同,并不限于本申请实施例提供的预处理方法;此外,本申请提供的方法也不仅限于处理红豆杉原料,对于其他含有紫杉醇活性成分的天然植物,同样属于本申请提供方法的保护范围。

[0037] 步骤S02、提供一种提取剂;所述提取剂包括质量浓度为(0.5-8)%的咪唑型离子液体和有机溶剂;

[0038] 纯物质的紫杉醇呈白色结晶体粉末,无臭、无味,难溶于水,易溶于氯仿、丙酮等有机溶剂。现有的提取紫杉醇的方法中,应用最为广泛的是有机溶剂提取法,尤其低级醇提取法,例如甲醇和乙醇。

[0039] 离子液体是完全由离子组成的液体,是低温(小于100℃)下呈液态的盐,也称为低温熔融盐,它一般是由有机阳离子和无机阴离子(X^- 、 BF_4^- 、 PF_6^- 等)组成,有机阳离子主要有四类:烷基季胺离子($NR_xH_{4-x}^+$),烷基取代咪唑离子($RR' im^+$)即本申请步骤S02中所述的咪唑型离子液体、N-烷基取代吡啶离子(RPy^+)和烷基取代的季磷离子($PR_xH_{4-x}^+$)。离子液体具有一系列优点:几乎没有蒸气压,不挥发,无色,无嗅,具有较大的液相范围,较好的化学稳定性和较宽的电化学窗口。通过对正、负离子的设计,可以合成各种对无机物、有机物和聚合物的溶解性不同的室温离子液体。最初的离子液体主要用于电化学研究。

[0040] 在步骤S02中,提供一种提取剂,包括质量浓度为(0.5-8)%的咪唑型离子液体和有机溶剂。其中,咪唑型离子液体的质量浓度是指咪唑型离子液体的质量占提取剂质量的百分比。将备用的咪唑型离子液体与有机溶剂按照一定的比例混合,人工或磁力搅拌均匀后,得到提取剂。

[0041] 步骤S03、将所述提取剂和所述红豆杉粉末按照质量比(5-25):1的比例混合,超声提取,得到提取后的混合物;所述超声提取的温度是20-60℃,所述超声提取的时间是10-50min;

[0042] 超声波利用超声波辐射压强产生的强烈空化效应、机械振动、扰动效应、高的加速度、乳化、扩散、击碎和搅拌作用等多级效应,增大物质分子运动频率和速度,增加溶剂穿

透力,从而加速目标成分进入溶剂,促进提取的进行。

[0043] 在步骤S03中,将上述步骤S02得到的提取剂(液)和上述步骤S01得到的红豆杉粉末(固)按照一定的质量比,即液固比,混合后在超声条件下进行提取。液固比、提取温度和提取时间是影响提取率的重要因素,本申请实施例提供的方法中,将液固比限定在(5-25):1范围内,将超声提取温度限定在20-60℃范围内,将超声提取时间限定在10-50min范围内,能够达到较高的提取率、减少对于提取过程中有机溶剂的使用量,同时缩短提取时间。

[0044] 步骤S04、离心所述提取后的混合物,取上清液,得到紫杉醇提取液。

[0045] 超声提取结束后,离心分离提取后的混合物,得到紫杉醇提取液。

[0046] 进一步地,采用高效液相色谱定量测定上述紫杉醇提取液中紫杉醇的含量,计算得到提取率(mg/g)。

[0047] 本申请实施例提供的从红豆杉中提取紫杉醇的方法,采用包括有机溶剂和咪唑型离子液体的提取剂,从红豆杉原料中超声提取紫杉醇,液固比的可选范围是(5-25):1,离子液体质量浓度的可选范围是(0.5-8)%,超声提取温度的可选范围是20-60℃,超声提取时间的可选范围是10-50min;利用本申请实施例提供的从红豆杉中提取紫杉醇的方法,能够有效提高提取率、减少提取过程中有机溶剂甲醇的使用量,同时缩短提取时间。

[0048] 本申请提供的从红豆杉中提取紫杉醇的方法的具体实施方式和有益效果,可参见以下几个实施例。

[0049] 实施例2

[0050] 请参阅图3,本申请实施例2在前述实施例1所述步骤的基础上,示出了本申请提供方法的一种可能实现方式,或者说,示出了上述实施例1的进一步细化的步骤,与上述实施例1的本质不同在于,实施例2分别选取了八种不同的离子液体制备提取剂,再利用得到的提取剂对红豆杉粉末进行超声提取,具体地:

[0051] 步骤S210、提供一种红豆杉原料,预处理,得到红豆杉粉末;

[0052] 步骤S220、提供8种咪唑型离子液体;包括:氯化1-胺丙基-3-甲基咪唑[APMIM]Cl、氯化1-羟乙基-3-甲基咪唑[HOMIM]Cl、溴化1-丁基-3-甲基咪唑[C₄MIM]Br、1-羟乙基-3-甲基咪唑四氯化铁[HOMIM]FeCl₄、1-乙基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁[C₂MIM]FeCl₃Br、1-丁基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁[C₄MIM]FeCl₃Br、1-己基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁[C₆MIM]FeCl₃Br和1-辛基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁[C₈MIM]FeCl₃Br;

[0053] 步骤S230、提供8种与步骤S220的咪唑型离子液体对应的提取剂;所述8种提取剂中包括的有机溶剂均是体积浓度为60%的甲醇水溶液;所述8种提取剂中包括的离子液体质量浓度均为1.0%;

[0054] 具体地,将上述8种咪唑型离子液体分别与60%甲醇水溶液按照质量比为1:99的比例混合,得到与上述8种咪唑型离子液体对应的提取剂。

[0055] 步骤S240、取8支相同的离心管,向每一支离心管中均加入质量相等的红豆杉粉末,再以液固比为10:1的比例,将上述8种提取剂对应加入8支离心管中;

[0056] 其中,将上述8种提取剂对应加入8支离心管中具体为,将包括氯化1-胺丙基-3-甲基咪唑的提取剂加入到第一支离心管中,将包括溴化1-丁基-3-甲基咪唑的提取剂加入到第二支离心管中……以此类推,下文也将不再赘述。

[0057] 步骤S250、将步骤S240得到的8支离心管固定置于超声清洗仪中,在40℃下超声提

取30min,得到8种提取后的混合物;

[0058] 需要说明的是,步骤S250中,超声清洗仪的功率设置为200W,频率设置为40kHz。

[0059] 步骤S260、离心步骤S250得到的8种提取后的混合物,取上清液,得到8种紫杉醇提取液;

[0060] 步骤S270、采用高效液相色谱定量测定步骤S260的紫杉醇提取液中紫杉醇的含量,计算得到紫杉醇提取率;

[0061] 对比例1

[0062] 本申请对比例1作为上述实施例2的空白对照实验,与上述实施例1的不同之处在于,所提供的提取剂中不包括咪唑型离子液体。

[0063] 将实施例2与对比例1的提取率结果汇总对比,如表1所示:

[0064] 表1

	离子液体种类	提取率/(mg/g)
	1-胺丙基-3-甲基咪唑	0.112
	氯化 1-羟乙基-3-甲基咪唑	0.195
	溴化 1-丁基-3-甲基咪唑	0.168
[0065] 实施例 2	1-羟乙基-3-甲基咪唑四氯化铁	0.163
	1-乙基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁	0.198
	1-丁基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁	0.225
	1-己基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁	0.196
	1-辛基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁	0.181
	对比例 1 无	0.102

[0066] 由表1可知,相比于对比例1,实施例2中,咪唑型离子液体的加入能够有效提高紫杉醇的提取率。其中,当提取剂包括的咪唑型离子液体1-丁基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁时,提取率最高,达到0.225mg/g。

[0067] 实施例3

[0068] 请参阅图4,本申请实施例3在前述实施例1和实施例2所述步骤的基础上,示出了本申请提供方法的另一可能实现方式,与上述实施例2的本质不同在于,实施例3提供5种离子液体质量浓度不同的提取剂,再利用得到的提取剂对红豆杉粉末进行超声提取;具体地:

[0069] 步骤S310、提供一种红豆杉原料,预处理,得到红豆杉粉末;

[0070] 步骤S320、提供5种不同离子液体浓度的提取剂;所述5种提取剂包括的有机溶剂均是体积浓度为60%的甲醇水溶液;所述5种提取剂中包括的离子液体均是1-丁基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁液体;所述5种提取剂中1-丁基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁液体的质量浓度分别为0.5%、1.0%、2.0%、4.0%以及8.0%;

[0071] 步骤S330、取5支相同的离心管,向每一支离心管中均加入质量相等的红豆杉粉末,再以液固比为10:1的比例,将步骤S320得到的5种提取剂对应加入5支离心管中;

[0072] 步骤S340、将步骤S330得到的离心管固定置于超声清洗仪中,在40℃下超声提取30min,得到5种提取后的混合物;

[0073] 步骤S350、离心步骤S340得到的5种提取后的混合物,取上清液,得到5种紫杉醇提取液;

[0074] 步骤S360、采用高效液相色谱定量测定步骤S350的紫杉醇提取液中紫杉醇的含量,计算得到紫杉醇提取率;

[0075] 将实施例3的提取率结果汇总对比,如表2所示:

[0076] 表2

[0077]

1-丁基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁质量浓度 (%)	提取率/(mg/g)
0.5	0.135
1.0	0.218
2.0	0.176
4.0	0.168
8.0	0.165

[0078] 由表2可知,实施例3中,当提取剂中1-丁基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁液体的质量浓度是1.0%时,紫杉醇的提取率最高,达到0.218mg/g。因此,本申请提供的方法中,优选采用包括质量浓度是1.0%的1-丁基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁液体的提取剂,更有利于提高紫杉醇的提取率。

[0079] 实施例4

[0080] 请参阅图5,本申请实施例4在前述实施例1至实施例3所述步骤的基础上,示出了本申请提供方法的另一可能实现方式,与前述实施例的本质不同在于,实施例4提供5种提取剂,这5种提取剂分别包括不同体积浓度的甲醇水溶液,再利用得到的提取剂对红豆杉粉末进行超声提取;具体地:

[0081] 步骤S410、提供一种红豆杉原料,预处理,得到红豆杉粉末;

[0082] 步骤S420、提供5种不同浓度的甲醇水溶液;所述5种甲醇水溶液的体积浓度分别为:50%、60%、70%、80%以及90%;

[0083] 步骤S430、提供5种与步骤S420的5种甲醇水溶液对应的提取剂;所述5种提取剂中均包括质量浓度均为1.0%的1-丁基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁液体;

[0084] 步骤S440、取5支相同的离心管,向每一支离心管中均加入质量相等的红豆杉粉末,再以液固比为10:1的比例,将步骤S430得到的5种提取剂对应加入5支离心管中;

[0085] 步骤S450、将步骤S440得到的离心管固定置于超声清洗仪中,在40℃下超声提取30min,得到5种提取后的混合物;

[0086] 步骤S460、离心步骤S450得到的5种提取后的混合物,取上清液,得到5种紫杉醇提取液;

[0087] 步骤S470、采用高效液相色谱定量测定步骤S460的紫杉醇提取液中紫杉醇的含量,计算得到紫杉醇提取率;

[0088] 将实施例4的提取率结果汇总对比,如表3所示:

[0089] 表3

[0090]

甲醇水溶液体积浓度 (%)	提取率/(mg/g)
50	0.231
60	0.239
70	0.218
80	0.203
90	0.196

[0091] 由表3可知,实施例4中,当甲醇水溶液的体积浓度为60%时,紫杉醇的提取率最高,达到0.239mg/g。因此,本申请提供的方法中,优选采用包括体积浓度为60%的1-甲醇水溶液的提取剂,更有利于提高紫杉醇的提取率。

[0092] 实施例5

[0093] 请参阅图6,本申请实施例5在前述实施例1至实施例4所述步骤的基础上,示出了本申请提供方法的另一可能实现方式,与前述实施例的本质不同在于,在实施例5中,将红豆杉粉末与提取剂以不同的液固比混合后,再在相同条件下进行超声提取;具体地:

[0094] 步骤S510、提供一种红豆杉原料,预处理,得到红豆杉粉末;

[0095] 步骤S520、提供一种提取剂;所述提取剂包括体积浓度为60%的甲醇水溶液和1-丁基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁液体;所述提取剂中,1-丁基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁液体的质量浓度为1.0%;

[0096] 步骤S530、取5支相同的离心管,向每一支离心管中均加入质量相等的红豆杉粉末,再分别按5:1、10:1、15:1、20:1以及25:1的液固比,将步骤S520得到的提取剂对应加入5支离心管中;

[0097] 步骤S540、将步骤S530得到的离心管固定置于超声清洗仪中,在40℃下超声提取30min,得到5种提取后的混合物;

[0098] 步骤S550、离心步骤S540得到的5种提取后的混合物,取上清液,得到5种紫杉醇提取液;

[0099] 步骤S560、采用高效液相色谱定量测定步骤S550的紫杉醇提取液中紫杉醇的含量,计算得到紫杉醇提取率;

[0100] 将实施例5的提取率结果汇总对比,如表4所示:

[0101] 表4

[0102]

液固比	提取率/(mg/g)
5:1	0.134
10:1	0.232
15:1	0.163
20:1	0.155
25:1	0.143

[0103] 由表4可知,实施例5中,当液固比为10:1,紫杉醇的提取率最高,达到0.232mg/g。因此,本申请提供的方法中,优选10:1的液固比,更有利于提高紫杉醇的提取率。

[0104] 实施例6

[0105] 请参阅图7,本申请实施例6在前述实施例1至实施例5所述步骤的基础上,示出了本申请提供方法的另一可能实现方式,与前述实施例的本质不同在于,在实施例6中,使用优选提取剂,对紫杉醇超声提取不同的时长;具体地:

[0106] 步骤S610、提供一种红豆杉原料,预处理,得到红豆杉粉末;

[0107] 步骤S620、提供一种提取剂;所述提取剂包括体积浓度为60%的甲醇水溶液和1-丁基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁液体;所述提取剂中,1-丁基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁液体的质量浓度为1.0%;

[0108] 步骤S630、取5支相同的离心管,向每一支离心管中均加入质量相等的红豆杉粉末,按10:1的液固比,将步骤S620得到的提取剂对应加入5支离心管中;

[0109] 步骤S640、将步骤S630得到的5支离心管固定置于超声清洗仪中,在40℃下,分别超声提取10min、20min、30min、40min以及50min,得到5种提取后的混合物;

[0110] 步骤S650、离心步骤S640得到的5种提取后的混合物,取上清液,得到5种紫杉醇提取液;

[0111] 步骤S660、采用高效液相色谱定量测定步骤S650的紫杉醇提取液中紫杉醇的含量,计算得到紫杉醇提取率;

[0112] 将实施例6的提取率结果汇总对比,如表5所示:

[0113] 表5

[0114]

超声提取时间/min	提取率/(mg/g)
10	0.134
20	0.163
30	0.232
40	0.155
50	0.143

[0115] 由表5可知,实施例6中,当超声提取时间为30min时,紫杉醇的提取率最高,达到0.232mg/g。因此,本申请提供的方法中,优选超声提取30min,更有利于提高紫杉醇的提取率。

[0116] 实施例7

[0117] 本申请实施例7在前述实施例1至实施例6所述步骤的基础上,示出了本申请提供方法的另一可能实现方式,与前述实施例6的本质不同在于,在实施例7中,使用提取剂,在不同温度下,对红豆杉粉末超声提取30min;将提取率结果汇总对比,如表6所示:

[0118] 表6

[0119]

超声提取温度/°C	提取率/(mg/g)
20	0.112
30	0.172
40	0.239
50	0.142
60	0.096

[0120] 由表6可知,实施例7中,当超声提取温度为40°C时,紫杉醇的提取率最高,达到0.239mg/g。因此,本申请提供的方法中,优选在40°C进行超声提取,更有利于提高紫杉醇的提取率。

[0121] 实施例8

[0122] 请参阅图8,本发明实施例8提供了采用响应面法优化提取条件的方法流程,所述提取条件包括:离子液体质量浓度,液固比以及超声提取时间。具体地:

[0123] 步骤S810、根据提取条件的因素和水平,采用BBD (Box-Behnken design) 设计实验;

[0124] 所述提取条件的因素包括:离子液体质量浓度,液固比以及超声提取时间;具体地,以上述离子液体质量浓度、液固比以及超声提取时间的优选值为中心点,按三因素三水

平设计实验;例如,离子液体质量浓度的优选值为1.0%,以此为中心点,离子液体质量浓度的三个水平为:0.9%、1.0%以及1.1%;再如,液固比的优选值为10:1,以此为中心点,液固比的三个水平为5:1、10:1以及15:1。

[0125] 步骤S820、根据设计的17组实验,按照上述实施例所述的步骤,进行提取实验,测定并计算提取率;

[0126] 步骤S830、根据所述提取率,构建响应面的三维定量构效模型;

[0127] 步骤S840、根据所述三维定量构效模型,预测最佳水平;

[0128] 所述最佳水平是指,在该水平条件下,提取率的预测值最高。

[0129] 步骤S850、在所述最佳水平下进行提取实验,重复三次,测定并计算实际提取率,并将实际提取率与预测值进行偏差分析;

[0130] 得到离子液体质量浓度为1.17%、最佳液固比为10.5:1以及最佳超声提取时间30.17min,此时的提取率为0.2299mg/g。

[0131] 本申请实施例提供一种从红豆杉中提取紫杉醇的方法,采用包括有机溶剂和咪唑型离子液体的提取剂,从80目红豆杉粉末中超声提取紫杉醇,液固比的可选范围是(5-25):1、优选10:1,离子液体质量浓度的可选范围是(0.5-8)%、优选1.0%,超声提取温度的可选范围是20-60℃、优选40℃,超声提取时间的可选范围是10-50min、优选30min;利用本申请实施例提供的从红豆杉中提取紫杉醇的方法,当提取剂中甲醇水溶液体积浓度是60%、离子液体1-丁基-3-甲基咪唑三氯一溴化铁的质量浓度是1.17%,液固比是10.5:1,超声提取温度是40℃,超声提取时间是30.17min时,从红豆杉粉末中提取紫杉醇的提取率达到0.2299mg/g。由此可知,采用本申请提供的方法,从红豆杉中提取紫杉醇,能够有效提高提取效率、减少提取过程中有机溶剂甲醇的使用量,同时缩短提取时间。

[0132] 以上所述的本发明实施方式并不构成对本发明保护范围的限定。

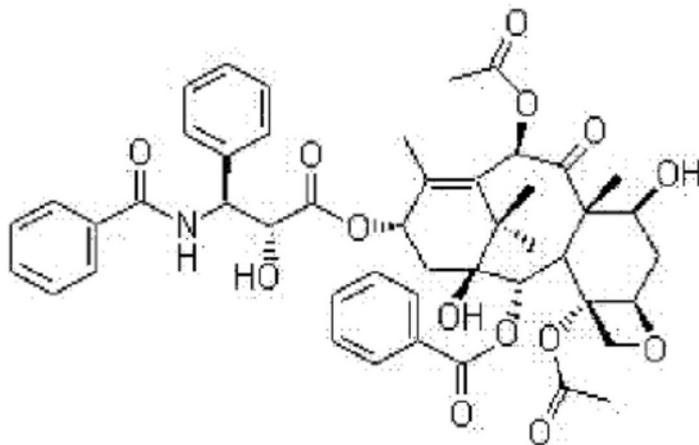


图1

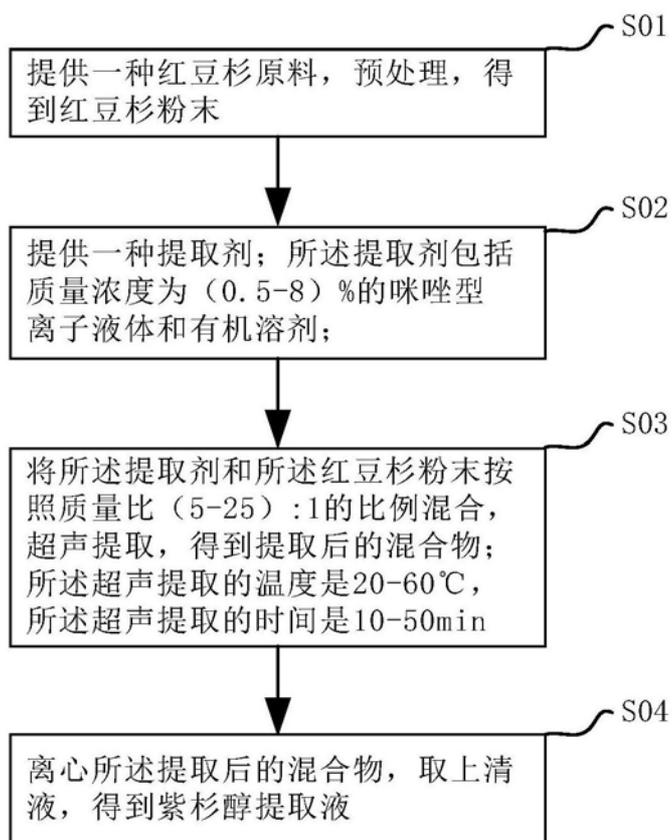


图2

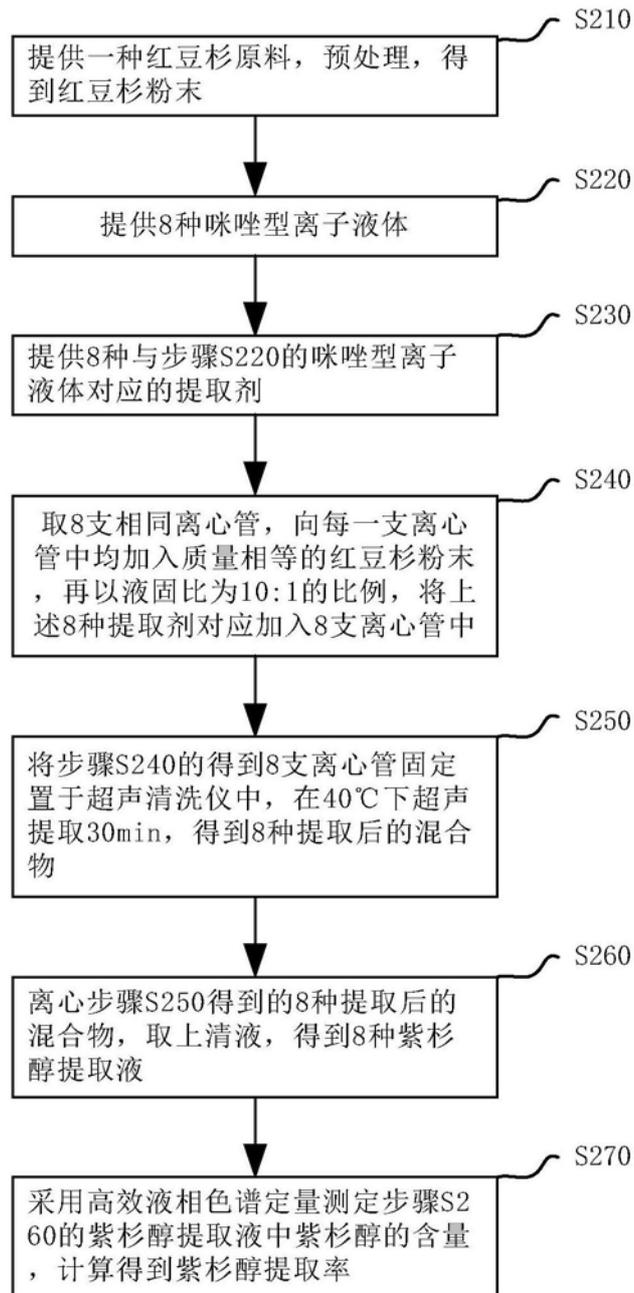


图3

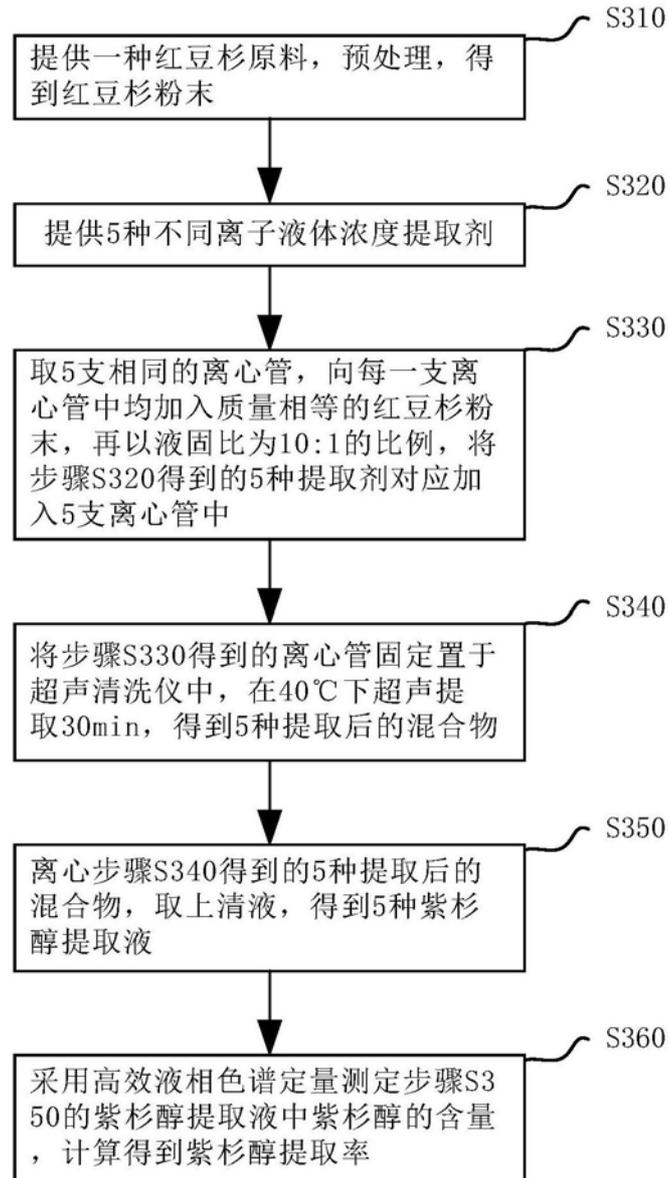


图4

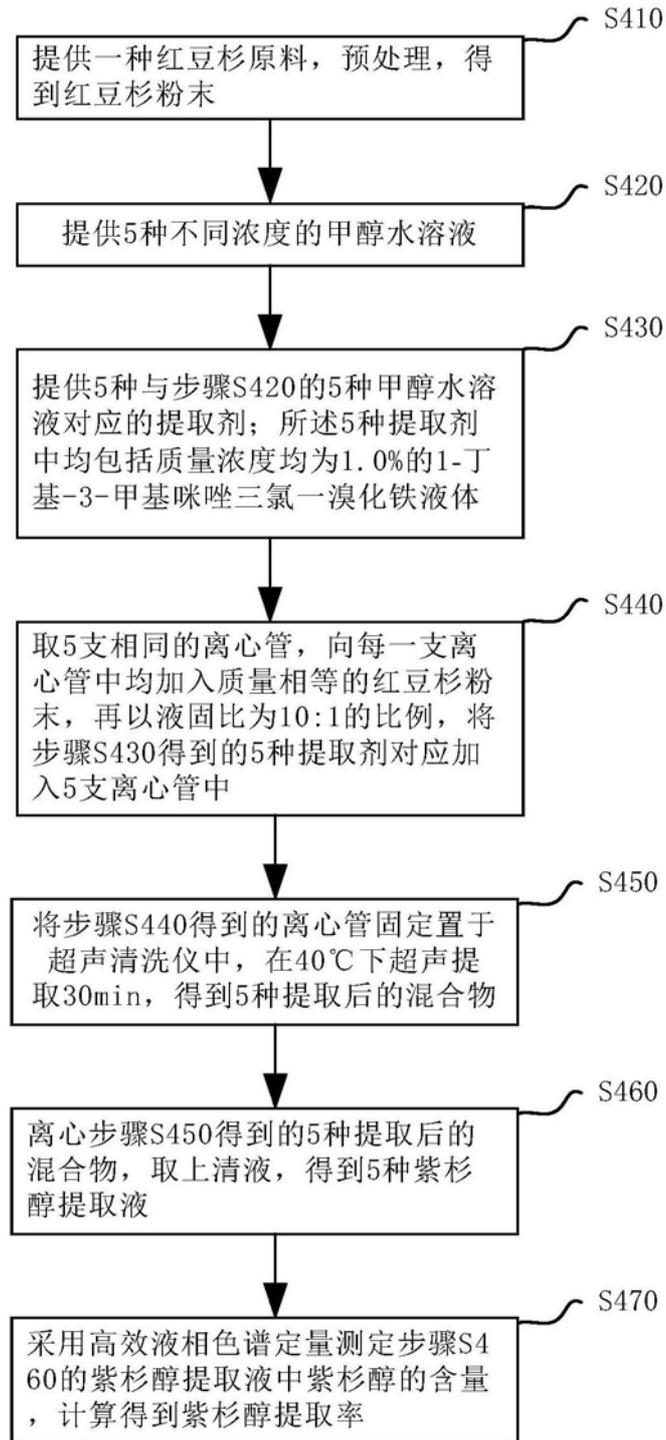


图5

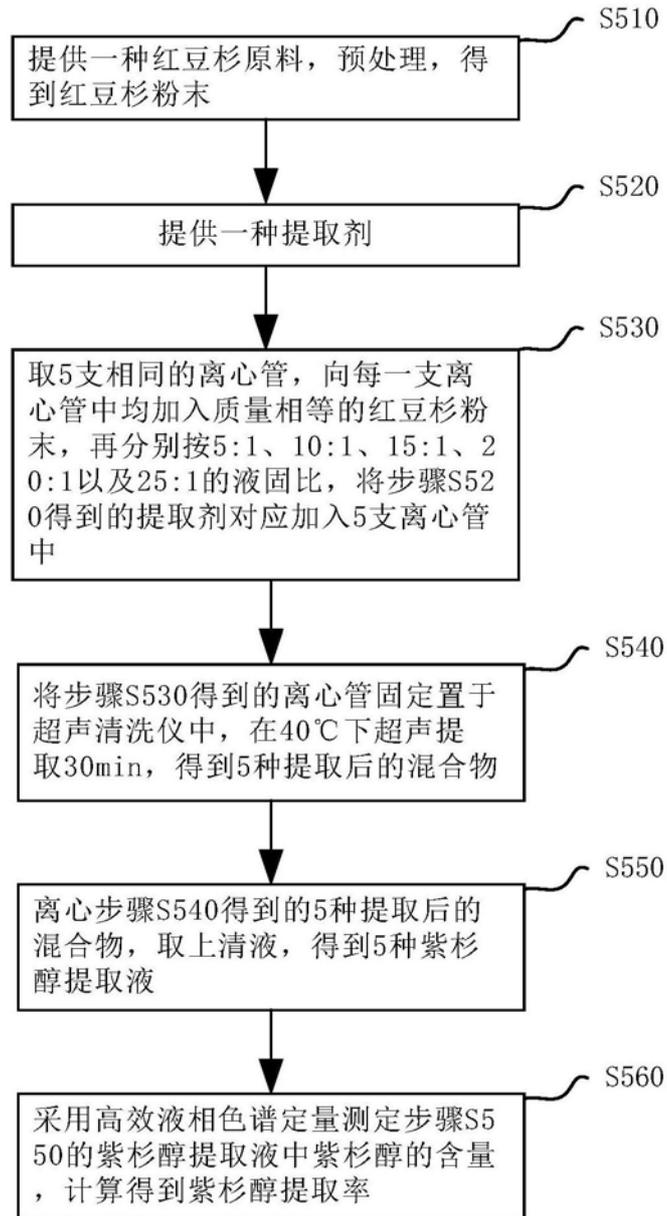


图6

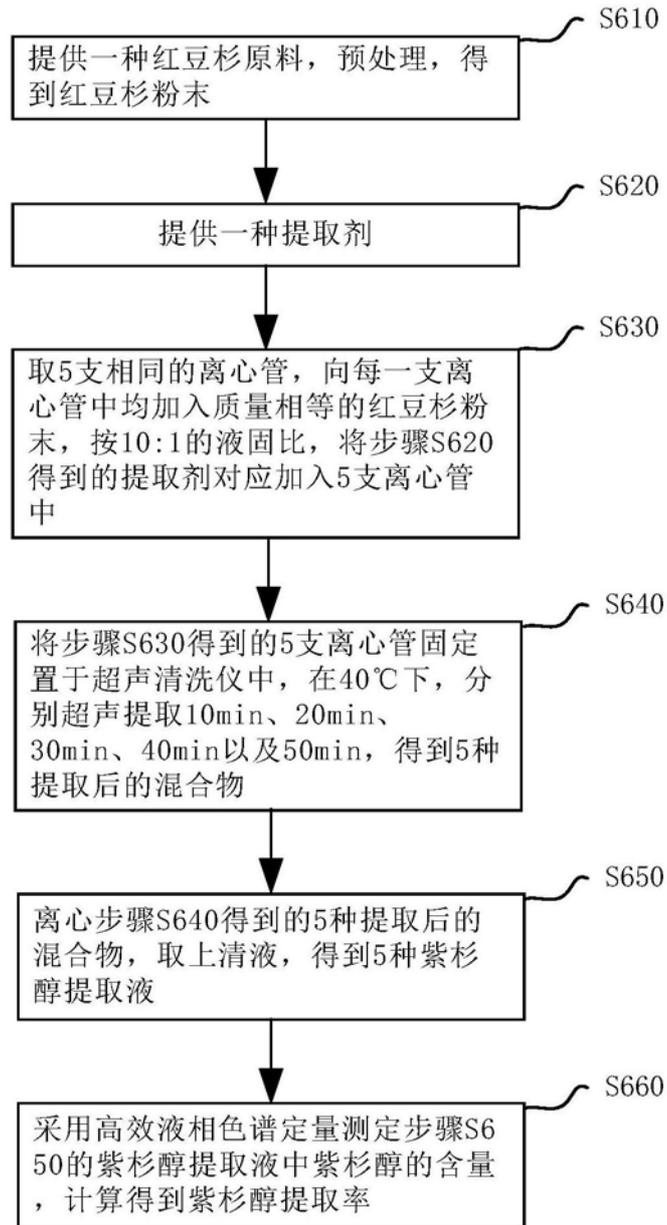


图7

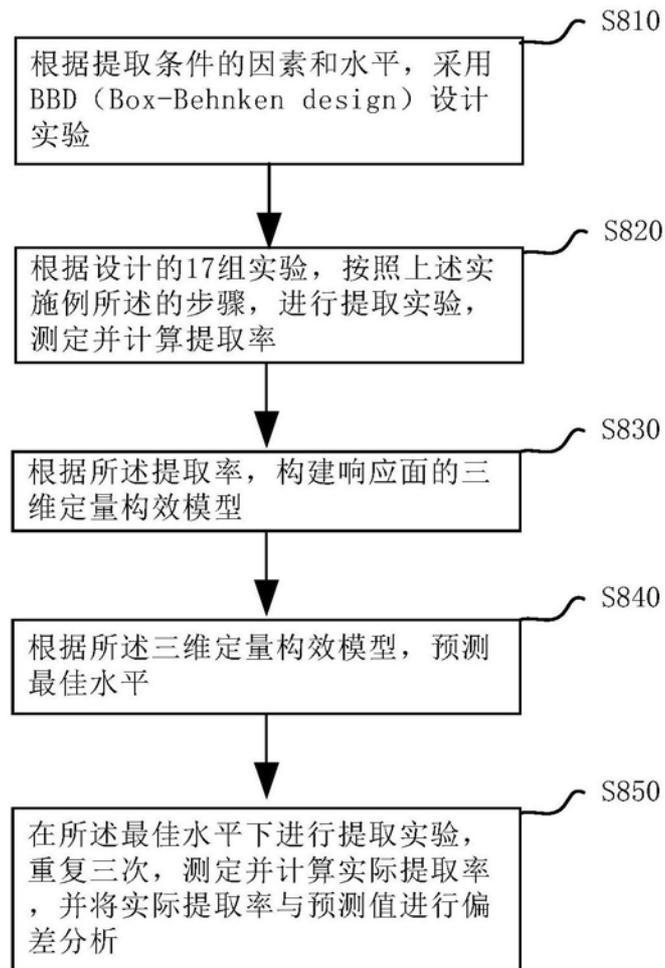


图8