



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115925769 A

(43) 申请公布日 2023.04.07

(21) 申请号 202310048639.6

(22) 申请日 2023.01.31

(71) 申请人 济宁市瑞信堂大禹药业有限公司
地址 272100 山东省济宁市兖州区新兖镇
工业园区大禹北路与西安路交叉口北
188米

(72) 发明人 于发东

(74) 专利代理机构 济宁汇景知识产权代理事务
所(普通合伙) 37254
专利代理师 赵建新

(51) Int. Cl.
C07H 17/07 (2006.01)
C07H 1/08 (2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种从黄芩中提取黄芩苷的方法

(57) 摘要

一种从黄芩中提取黄芩苷的方法,步骤为将黄芩粉碎后的黄芩粉末加入搅拌器中,再加入适量乙醇,搅拌后的混合液转移至回流装置,回流提取3-4次,合并每次的提取液形成第一次提取液;将第一次提取液在温度为62-70℃、压力为0.1Mpa的条件下减压浓缩2.5h,然后用稀盐酸调pH值至4-5,过滤后得第一次沉淀物和黄芩苷湿品;然后向第一次沉淀物中加入改性氢氧化钠溶液,在18-20℃下提取3-4h,分离得第二次沉淀物和第二次提取液,其中第二次提取液连同黄芩苷湿品一起用甲醇溶解后经过滤,将过滤后的滤液层析,用体积比为3:1的甲醇与水配成洗脱液,洗脱后收集溶液,将溶液在80-85℃下干燥,得到固体物;再用甲醇将固体物溶解后,重结晶,过滤,得到的结晶物在55-60℃下干燥,采用上述方法可以得高纯度黄芩苷。

1. 一种从黄芩中提取黄芩苷的方法,它包括以下步骤:

(1) 将黄芩粉碎至40-60目,得到黄芩粉末;

(2)、将步骤(1)中的黄芩粉末加入超声波搅拌器中,加入与其重量比为1:4-8倍的乙醇,搅拌30-60分钟,得混合液;

(3)、将步骤(2)中的混合液转移至回流装置,回流提取3-4次,每次回流0.5-2h,合并每次的提取液形成第一次提取液;

(4)、将步骤(3)中的第一次提取液在温度为62-70℃、压力为0.1Mpa的条件下减压浓缩2.5h,得浓缩液,用稀盐酸调pH值至4-5,过滤后得第一次沉淀物和黄芩苷湿品;

(5)、向步骤(4)中的第一次沉淀物中加入浓度为85-90%的改性氢氧化钠溶液,每公斤沉淀物中加入8-15升改性氢氧化钠溶液,在18-20℃下提取3-4h,分离得第二次沉淀物和第二次提取液,其中第二次提取液连同黄芩苷湿品一起用甲醇溶解后经过滤,将过滤后的滤液经硅胶柱层析,用体积比为3:1的甲醇与水配成洗脱液,洗脱后收集溶液,将溶液在80-85℃下干燥,得到固体物;

(6)再用甲醇将固体物溶解后,重结晶,过滤,得到的结晶物在55-60℃下干燥,得高纯度黄芩苷。

一种从黄芩中提取黄芩苷的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及中药提取技术领域,具体涉及一种从黄芩中提取黄芩苷的方法。

背景技术

[0002] 黄芩为一种常用中药,具有清热燥湿、泻火解毒、止血、安胎的功效。黄芩苷是黄芩的主要有效成分之一,具有显著的生物活性,在药理上已证实具有抑菌、清热、降压、镇静、利尿、利胆、抗炎、抗变态反应、解毒、抗癌等作用。目前,黄芩苷已成功开发成黄芩苷片、黄芩苷胶囊用于治疗急慢性肝炎。

[0003] 黄芩苷分子量为 $C_{21}H_{18}O_{11}$,是一种黄酮类化合物,其水溶性极小,具有一定的脂溶性。目前已报道的黄芩苷的提取纯化的方法很多,如水提酸沉法、醇提酸沉法、超滤法、微波提取法等由于成本、规模、设备等原因,上述方法中由于在提取过程中尤其是醇提酸沉法杂质较多,对后续调酸带来困难,且收率较低。

发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种适应于工业化生产且收率高的从黄芩中提取黄芩苷的方法。

[0005] 本发明采用的技术方案是:一种从黄芩中提取黄芩苷的方法,它包括以下步骤:

(1) 将黄芩粉碎至40-60目,得到黄芩粉末;

(2)、将步骤(1)中的黄芩粉末加入超声波搅拌器中,加入与其重量比为1:4-8倍的乙醇,搅拌30-60分钟,得混合液;

(3)、将步骤(2)中的混合液转移至回流装置,回流提取3-4次,每次回流0.5-2h,合并每次的提取液形成第一次提取液;

(4)、将步骤(3)中的第一次提取液在温度为62-70℃、压力为0.1Mpa的条件下减压浓缩2.5h,得浓缩液,用稀盐酸调pH值至4-5,过滤后得第一次沉淀物和黄芩苷湿品;

(5)、向步骤(4)中的第一次沉淀物中加入浓度为85-90%的改性氢氧化钠溶液,每公斤沉淀物中加入8-15升改性氢氧化钠溶液,在18-20℃下提取3-4h,分离得第二次沉淀物和第二次提取液,其中第二次提取液连同黄芩苷湿品一起用甲醇溶解后经过滤,将过滤后的滤液经硅胶柱层析,用体积比为3:1的甲醇与水配成洗脱液,洗脱后收集溶液,将溶液在80-85℃下干燥,得到固体物;

(6)再用甲醇将固体物溶解后,重结晶,过滤,得到的结晶物在55-60℃下干燥,得高纯度黄芩苷。

[0006] 本发明的有益效果是通过将黄芩粉碎至40-60目,得到黄芩粉末;然后将黄芩粉末加入超声波搅拌器中,加入与其重量比为1:4-8倍的乙醇,搅拌30-60分钟,得混合液;再将混合液转移至回流装置,回流提取3-4次,每次回流0.5-2h,合并每次的提取液形成第一次提取液;然后将第一次提取液在温度为62-70℃、压力为0.1Mpa的条件下减压浓缩2.5h,得浓缩液,用稀盐酸调pH值至4-5,过滤后得第一次沉淀物和黄芩苷湿品;再将第一次沉淀物

中加入浓度为85-90%的改性氢氧化钠溶液,每公斤沉淀物中加入8-15升改性氢氧化钠溶液,在18-20℃下提取3-4h,分离得第二次沉淀物和第二次提取液,其中第二次提取液连同黄芩苷湿品一起用甲醇溶解后经过滤,将过滤后的滤液经硅胶柱层析,用体积比为3:1的甲醇与水配成洗脱液,洗脱后收集溶液,将溶液在80-85℃下干燥,得到固体物;再用甲醇将固体物溶解后,重结晶,过滤,得到的结晶物在55-60℃下干燥,得96%以上高纯度黄芩苷;整个提取工艺简化了提取工序,降低了生产成本,更适用于工业化生产提高了黄芩苷的品质,成品含量能达到96%以上。

实施方式

实施例

[0007] 本发明涉及一种从黄芩中提取黄芩苷的方法,具体步骤为:(1)将黄芩粉碎至45目,得到黄芩粉末;

(2)、将步骤(1)中的黄芩粉末加入超声波搅拌器中,加入与其重量比为1:5倍的乙醇,搅拌35分钟,得混合液;

(3)、将步骤(2)中的混合液转移至回流装置,回流提取3次,每次回流1h,合并每次的提取液形成第一次提取液;

(4)、将步骤(3)中的第一次提取液在温度为65℃、压力为0.1Mpa的条件下减压浓缩2.5h,得浓缩液,用稀盐酸调pH值至4,过滤后得第一次沉淀物和黄芩苷湿品;

(5)、向步骤(4)中的第一次沉淀物中加入浓度为85%的改性氢氧化钠溶液,每公斤沉淀物中加入9升改性氢氧化钠溶液,在18℃下提取3h,分离得第二次沉淀物和第二次提取液,其中第二次提取液连同黄芩苷湿品一起用甲醇溶解后经过滤,将过滤后的滤液经硅胶柱层析,用体积比为3:1的甲醇与水配成洗脱液,洗脱后收集溶液,将溶液在80℃下干燥,得到固体物;

(6)再用甲醇将固体物溶解后,重结晶,过滤,得到的结晶物在55℃下干燥,得高纯度黄芩苷。

[0008] 在上述步骤中,往过滤得到的第一次沉淀物中加入浓度为85%改性氢氧化钠溶液,每公斤沉淀物中加入9升改性氢氧化钠溶液,在18℃下提取3h,分离出第二次沉淀物和第二次提取液,其中第二次提取液连同黄芩苷湿品一起用甲醇溶解后经过滤,将过滤后的滤液经硅胶柱层析中进行分离、纯化,简化了提取工序,降低了生产成本,更适用于工业化生产提高了黄芩苷的品质。

实施例

[0009] 本发明涉及一种从黄芩中提取黄芩苷的方法,它包括以下步骤:

(1)将黄芩粉碎至60目,得到黄芩粉末;

(2)、将步骤(1)中的黄芩粉末加入超声波搅拌器中,加入与其重量比为1:7.5倍的乙醇,搅拌55分钟,得混合液;

(3)、将步骤(2)中的混合液转移至回流装置,回流提取4次,每次回流2h,合并每次的提取液形成第一次提取液;

(4)、将步骤(3)中的第一次提取液在温度为70℃、压力为0.1Mpa的条件下减压浓缩2.5h,得浓缩液,用稀盐酸调pH值至5,过滤后得第一次沉淀物和黄芩苷湿品;

(5)、向步骤(4)中的第一次沉淀物中加入浓度为90%的改性氢氧化钠溶液,每公斤沉淀物中加入15升改性氢氧化钠溶液,在20℃下提取4h,分离得第二次沉淀物和第二次提取液,其中第二次提取液连同黄芩苷湿品一起用甲醇溶解后经过滤,将过滤后的滤液经硅胶柱层析,用体积比为3:1的甲醇与水配成洗脱液,洗脱后收集溶液,将溶液在85℃下干燥,得到固体物;

(6)再用甲醇将固体物溶解后,重结晶,过滤,得到的结晶物在60℃下干燥,得高纯度黄芩苷。

[0010] 在上述步骤中,往过滤得到的第一次沉淀物中加入浓度为90%改性氢氧化钠溶液,每公斤沉淀物中加入15升改性氢氧化钠溶液,在20℃下提取3h,分离出第二次沉淀物和第二次提取液,其中第二次提取液连同黄芩苷湿品一起用甲醇溶解后经过滤,将过滤后的滤液经硅胶柱层析中进行分离、纯化,简化了提取工序,降低了生产成本,更适用于工业化生产进一步提高了黄芩苷的品质。