



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109134562 A

(43)申请公布日 2019.01.04

(21)申请号 201811275060.9

(22)申请日 2018.10.26

(71)申请人 宁县恒瑞康生物科技有限公司

地址 745000 甘肃省庆阳市宁县焦村乡任  
村村

(72)发明人 吴丽君 张丽娟 李建林 杨仲科

(51)Int.Cl.

C07H 17/075(2006.01)

C07H 1/08(2006.01)

权利要求书2页 说明书3页

(54)发明名称

一种秦皮甲素纯化方法

(57)摘要

本发明公开了一种秦皮甲素纯化方法,将秦皮根干燥粉碎,回流提取,合并提取液,料渣弃去;将上步所得的提取液浓缩至无醇,浓缩液放置结晶,过滤结晶,母液上大孔树脂,分别用不同醇度的甲醇洗脱,收集不同醇度的洗脱液,浓缩洗脱液,浓缩洗脱液放置结晶,将所有的结晶收集到一起,加新甲醇溶解60℃过硅胶氧化铝柱子,收集过滤液,浓缩放置结晶,过滤结晶,结晶烘干再加纯化水溶解95℃过滤,滤液放置结晶,结晶为秦皮甲素含量可以达到99%。本工艺与已有技术相比,具有收率高、纯度好、生产周期短、工艺过程简单、操作更加安全并且可以得到高纯度的秦皮甲素的优点。

1. 一种秦皮甲素纯化方法,其特征在于:

(1) 将秦皮材料粉碎,过筛,装入热回流提取器中,加入提取液在一定温度下回流提取,料渣弃去,将提取液经过滤器后收集滤液,滤液经加压浓缩罐浓缩后,冷却至室温备用;

(2) 将得到的浓缩液放入到储罐中放置结晶,过滤结晶,得到秦皮甲素粗品I;过滤母液备用。

(3) 将大孔树脂装入层析柱中备用,将大孔树脂活化,水洗干净,将步骤(2)中备用的过滤母液吸附于大孔树脂柱子,洗脱柱子,收集洗脱液备用。

(4) 将步骤(3)中得到的洗脱液浓缩至无醇,放置结晶,过滤结晶,得到秦皮粗品II,母液弃去。

(5) 将步骤(2)、(4)得到的秦皮粗品I和II加入新甲醇加热搅拌溶解,待结晶全部溶解后在减压条件下过滤,过滤时温度保持60℃;收集过滤液浓缩之1/2体积,放置结晶,过滤结晶得到秦皮甲素粗品,过滤母液重新浓缩放置结晶。

(6) 将步骤(5)中两次结晶粗品用纯净水加热溶解,待结晶全部溶解后在减压条件下过滤,过滤时温度保持95℃;收集过滤液放置结晶,过滤结晶得到秦皮甲素,过滤母液重新浓缩放置结晶。

2. 根据权利要求1所述的一种秦皮甲素纯化方法,其特征在于:所述步骤(1)中加入3倍量75%乙醇在65℃温度下回流提取3次,收集提取液,料渣弃去。

3. 根据权利要求1所述的一种秦皮甲素纯化方法,其特征在于:所述步骤(2)中将得到的浓缩液放入到储罐中放置结晶,温度低于10℃,过滤结晶,得到秦皮甲素粗品I;过滤母液备用。

4. 根据权利要求1所述的一种秦皮甲素纯化方法,其特征在于:所述步骤(3)中将大孔树脂装入层析柱中备用,将大孔树脂用甲醇活化,用纯净水洗至无醇,将步骤(2)中备用的过滤母液按一定比例吸附于大孔树脂柱子,第一步用纯净水洗脱,洗脱液弃去,第二步用甲醇洗脱,洗脱柱子,收集洗脱液备用。

5. 根据权利要求1所述的一种秦皮甲素纯化方法,其特征在于:所述步骤(5)中将步骤(2)、(4)得到的秦皮粗品I和II加入新甲醇加热搅拌溶解,待结晶全部溶解后在减压条件下过硅胶氧化铝柱子溶解液过滤,过滤时温度保持在一定温度;收集过滤液浓缩,放置结晶,过滤结晶得到秦皮甲素粗品,过滤母液重新浓缩放置结晶。

6. 根据权利要求1所述的一种秦皮甲素纯化方法,其特征在于:将步骤(5)中两次结晶粗品用纯化水加热溶解,待结晶全部溶解后在减压条件下过硅胶氧化铝柱子溶解液过滤,过滤时温度保持在一定温度;收集过滤液放置结晶,过滤结晶得到秦皮甲素,过滤母液重新浓缩放置结晶。

7. 根据权利要求3的一种秦皮甲素纯化方法,其特征在于:放置的温度和时间(时间:24小时,温度:10摄氏度)。

8. 根据权利要求4所述的一种秦皮甲素纯化方法,其特征在于:步骤(中)按1.3%吸附量上大孔树脂柱子,纯净水的洗脱量为1倍柱体积,用15%甲醇的洗脱量洗脱1-1.5倍柱体积。

9. 根据权利要求5所述的一种秦皮甲素纯化方法,其特征在于:步骤(5)中加入的为6-8倍量的新甲醇,硅胶氧化铝柱子中硅胶:氧化铝为2:1,过滤温度保持在60℃,收集过滤液浓

缩至1/2,放置结晶,过滤结晶得到75%的秦皮甲素粗品。

10.根据权利要求6所述的一种秦皮甲素纯化方法,其特征在于:步骤(6)中用8-10倍量的纯化水加热溶解,硅胶氧化铝柱子中硅胶:氧化铝为2:1,过滤温度保持在95℃。

## 一种秦皮甲素纯化方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于医药技术领域,尤其涉及一种秦皮甲素纯化方法。

### 背景技术

[0002] 国内现有秦皮提取工艺,主要包括秦皮原料的提取、分离两大步骤。现有工艺中提取、分离中洗脱分段收集操作复杂,收集率低,不利于生产,结晶的纯度低,收率低。

### 发明内容

[0003] 本发明提供一种秦皮甲素纯化方法,旨在解决现有工艺中用不同醇度的甲醇洗脱分段收集操作复杂,收集率低,不利于生产,结晶的纯度低,收率低的问题。

[0004] 发明的技术方案是:一种秦皮甲素纯化方法,其特征在于:

[0005] (1) 将秦皮材料粉碎,过筛,装入热回流提取器中,加入提取液在一定温度下回流提取,料渣弃去,将提取液经过滤器后收集滤液,滤液经加压浓缩罐浓缩后,冷却至室温备用;

[0006] (2) 将得到的浓缩液放入到储罐放置结晶,过滤结晶,得到秦皮甲素粗品I;过滤母液备用。

[0007] (3) 将大孔树脂装入层析柱中备用,将大孔树脂活化,水洗干净,将步骤(2)中备用的过滤母液吸附于大孔树脂柱子,洗脱柱子,收集洗脱液备用。

[0008] (4) 将步骤(3)中得到的洗脱液浓缩至无醇,放置结晶,过滤结晶,得到秦皮粗品II,母液弃去。

[0009] (5) 将步骤(2)、(4)得到的秦皮粗品I和II加入溶解液加热搅拌溶解,待结晶全部溶解后在减压条件下过溶解液过滤,过滤时温度保持在一定温度;收集过滤液浓缩,放置结晶,过滤结晶得到秦皮甲素粗品,过滤母液重新浓缩放置结晶。

[0010] (6) 将步骤(5)中两次结晶粗品用水加热溶解,待结晶全部溶解后在减压条件下过溶解液过滤时温度保持在一定温度;收集过滤液放置结晶,过滤结晶得到秦皮甲素,过滤母液重新浓缩放置结晶。

[0011] 进一步,所述步骤(1)中将秦皮材料粉碎,过筛,装入热回流提取器中,加入一定量乙醇在一定温度下回流提取,料渣弃去,将提取液经过滤器后收集滤液,滤液经加压浓缩罐浓缩后,冷却至室温备用;优选,步骤(1)中提取过程中采用75%的乙醇提取3次。

[0012] 进一步,所述步骤(2)将得到的浓缩液放入到储罐中放置24h结晶,过滤结晶,得到秦皮甲素粗品I;过滤母液备用。

[0013] 进一步,所述步骤(3)将大孔树脂装入层析柱中备用,将大孔树脂用甲醇活化,用纯净水洗至无醇,将步骤(2)中备用的过滤母液按一定比例吸附于大孔树脂柱子,第一步用纯净水洗脱,洗脱液弃去,第二步用甲醇洗脱,洗脱柱子,收集洗脱液备用。

[0014] 进一步,所述步骤(5)中将步骤(2)、(4)得到的秦皮粗品I和II加入新甲醇加热搅拌溶解,待结晶全部溶解后在减压条件下过硅胶氧化铝柱子溶解液过滤,过滤时温度保持

在一定温度;收集过滤液浓缩,放置结晶,过滤结晶得到秦皮甲素粗品,过滤母液重新浓缩放置结晶。

[0015] 再进一步,(6)将步骤(5)中两次结晶粗品用纯化水加热溶解,待结晶全部溶解后在减压条件下过硅胶氧化铝柱子溶解液过滤,过滤时温度保持在一定温度;收集过滤液放置结晶,过滤结晶得到秦皮甲素,过滤母液重新浓缩放置结晶。

[0016] 再进一步,步骤(3)中按1.3%吸附量上大孔树脂柱子,纯净水的洗脱量为1倍柱体积,用15%甲醇的洗脱量洗脱1-1.5倍柱体积。

[0017] 再进一步,步骤(5)中加入的为6-8倍量的新甲醇,硅胶氧化铝柱子中硅胶:氧化铝为2:1,过滤温度保持在60℃,收集过滤液浓缩至1/2,放置结晶,过滤结晶得到75%的秦皮甲素粗品。

[0018] 再进一步,步骤(5)中用8-10倍量的纯化水加热溶解,硅胶氧化铝柱子中硅胶:氧化铝为2:1,过滤温度保持在95℃,过滤结晶得到98%左右的秦皮甲素。

[0019] 本发明具有以下有益效果:本发明的一种秦皮甲素纯化方法,具有收率高、纯度高、生产周期短、工艺过程简单、操作更加安全并且可以得到高纯度的秦皮甲素的优点。

### 具体实施方式

[0020] 一种秦皮甲素纯化方法,其特征在于:(1)将秦皮材料粉碎,过筛,装入热回流提取器中,加入提取液在一定温度下回流提取,料渣弃去,将提取液经过滤器后收集滤液,滤液经加压浓缩罐浓缩后,冷却至室温备用;(2)将得到的浓缩液放入到储罐中加入溶液体积一定比例的澄清剂,充分搅拌,放置结晶,过滤结晶,得到秦皮甲素粗品I;过滤母液备用。(3)将大孔树脂装入层析柱中备用,将大孔树脂活化,水洗干净,将步骤(2)中备用的过滤母液吸附于大孔树脂柱子,洗脱柱子,收集洗脱液备用。(4)将步骤(3)中得到的洗脱液浓缩至无醇,放置结晶,过滤结晶,得到秦皮粗品II,母液弃去。(5)将步骤(2)、(4)得到的秦皮粗品I和II加入溶解液加热搅拌溶解,待结晶全部溶解后在减压条件下过溶解液过滤,过滤时温度保持在一定温度;收集过滤液浓缩,放置结晶,过滤结晶得到秦皮甲素粗品,过滤母液重新浓缩放置结晶。(6)将步骤(5)中两次结晶粗品用水加热溶解,待结晶全部溶解后在减压条件下过溶解液过滤时温度保持在一定温度;收集过滤液放置结晶,过滤结晶得到秦皮甲素,过滤母液重新浓缩放置结晶。根据上述方案,具有收率高、纯度高、生产周期短、工艺过程简单、操作更加安全并且可以得到高纯度的秦皮甲素的优点。

[0021] 在本实施例中,所述步骤(1)中将秦皮材料粉碎,过筛,装入热回流提取器中,加入一定量乙醇在一定温度下回流提取,料渣弃去,将提取液经过滤器后收集滤液,滤液经加压浓缩罐浓缩后,冷却至室温备用;优选的,步骤(1)中提取过程中采用75%的乙醇提取3次,可以使得原料的提取率达到95%。

[0022] 在本实施例中,所述步骤(2)将得到的浓缩液放入到储罐中放置24h结晶,温度控制在10℃一下,过滤结晶,得到秦皮甲素粗品I;过滤母液备用。不仅可以使溶液快速结晶降低工艺时间还可以使溶液充分结晶。

[0023] 在本实施例中,所述步骤(3)将大孔树脂装入层析柱中备用,将大孔树脂用甲醇活化,用纯净水洗至无醇,将步骤(2)中备用的过滤母液按一定比例吸附于大孔树脂柱子,第一步用纯净水洗脱,洗脱液弃去,第二步用甲醇洗脱,洗脱柱子,收集洗脱液备用。优选步骤

(3),按1.3%吸附量上大孔树脂柱子,纯净水的洗脱量为1倍柱体积,用15%甲醇的洗脱量洗脱1-1.5倍柱体积。步骤(3)大孔树脂可优选D101大孔树脂,吸附量最大且容易解析附。纯净水的洗脱量为1倍柱体积,当纯净水的洗脱量加大时将有大量的秦皮甲素洗脱下来达不到分离的目的,15%的洗脱量为1-1.5倍柱体积,可以使90%的秦皮甲素从树脂柱子上解析附下来,大量的杂质任然吸附在树脂柱子上,通过上述两部可以起到纯化秦皮甲素的目的,收率可达到60%。

[0024] 在本实施例中,所述步骤(5)中将步骤(2)、(4)得到的秦皮粗品I和II加入新甲醇加热搅拌溶解,待结晶全部溶解后在减压条件下过硅胶氧化铝柱子溶解液过滤,过滤时温度保持在一定温度;收集过滤液浓缩,放置结晶,过滤结晶得到秦皮甲素粗品,过滤母液重新浓缩放置结晶。优选步骤(5),加入的为6-8倍量的新甲醇,硅胶氧化铝柱子中硅胶:氧化铝为2:1,过滤温度保持在60℃,收集过滤液浓缩至1/2,放置结晶,过滤结晶得到75%的秦皮甲素粗品。步骤(5)中甲醇重结晶,甲醇的用量应控制在6-8倍,硅胶氧化铝的比例为2:1,用的玻璃柱直径为30cm高20cm,先将氧化铝平铺在柱子中在将硅胶平铺在氧化铝上面,在盖一层多空滤纸。溶解液在-0.03mp下趁热过滤。

[0025] 在本实施例中,将步骤(5)中两次结晶粗品用纯化水加热溶解,待结晶全部溶解后在减压条件下过硅胶氧化铝柱子溶解液过滤,过滤时温度保持在一定温度;收集过滤液放置结晶,过滤结晶得到秦皮甲素,过滤母液重新浓缩放置结晶。优选步骤(6),用8-10倍量的纯化水加热溶解,硅胶氧化铝柱子中硅胶:氧化铝为2:1,过滤温度保持在95℃,过滤结晶得到98%左右的秦皮甲素。步骤(6)中水结晶甲醇的用量应控制在8-10倍,硅胶氧化铝的比例为2:1,用的玻璃柱直径为30cm高20cm,先将氧化铝平铺在柱子中在将硅胶平铺在氧化铝上面,在盖一层多空滤纸。溶解液在-0.03mp下趁热过滤。

[0026] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,本发明的保护范围并不仅局限于上述实施例,凡属于本发明思路下的技术方案均属于本发明的保护范围。