



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107827889 A

(43)申请公布日 2018.03.23

---

(21)申请号 201711079376.6

(22)申请日 2017.11.06

(71)申请人 广西大学

地址 530004 广西壮族自治区南宁市西乡塘区大学路100号

(72)发明人 王立升 曹齐金 蒋敏捷 周中杰  
梁鹏云 刘旭

(74)专利代理机构 广西南宁公平知识产权代理有限公司 45104

代理人 王素娥

(51)Int.Cl.

C07D 471/22(2006.01)

---

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种山豆根中苦参碱的纯化方法

(57)摘要

本发明公开了本发明涉及一种山豆根中苦参碱的纯化方法,方法利用大孔树脂静态吸附山豆根乙醇提取液,包括用含有还原剂的乙醇水溶液从山豆根中提取苦参碱,用大孔树脂静态吸附至饱和,用水洗去未被树脂吸附的残留料液和水溶性杂质,再用乙醇溶液静态解吸目标化合物苦参碱,滤液经减压回收溶剂,纯化得到苦参碱粗提物,苦参碱粗提物用水溶解,静置滤除沉淀后用热石油醚热回流重结晶得到苦参碱产品。本发明成功之处在于利用大孔树脂静态吸附纯化山豆根苦参碱,工艺简单,安全无毒,生产成本低,提纯度高,适合大规模工业化生产。

1. 一种山豆根中苦参碱的纯化方法,其特征在于,按以下步骤操作:

1) 以山豆根为原料,用15~20倍干山豆根粉末重量的体积浓度为50%~70%的乙醇浸泡,在乙醇中加入过量焦亚硫酸钠、亚硫酸钠、亚硫酸氢钠、硫代硫酸钠或碘化钾,浸置30~60分钟后于60℃~90℃下提取1次~3次,每次1小时~3小时,合并滤液,静置过夜,得到山豆根苦参碱的乙醇提取液;

2) 山豆根苦参碱的乙醇提取液在电动搅拌器的搅拌下进行大孔吸附树脂的静态吸附:吸附过程是在山豆根苦参碱的乙醇提取液中加入H103、X-5、D101、DF01或AB-8大孔吸附树脂,其中,大孔吸附树脂重量与山豆根苦参碱的乙醇提取液体积比为1:15~1:20,静态吸附的时间为1小时~3小时;

3) 静态吸附完成后,用水洗去未被树脂吸附的残留料液和水溶性杂质,再用15~20倍树脂量的乙醇溶液静态解吸目标化合物苦参碱,静态解吸次数为1~3次,每次1~3小时,得到解吸液;

4) 解吸液经减压回收溶剂,浓缩得到苦参碱粗提物,苦参碱粗提物用水溶解,静置滤除沉淀后减压浓缩,得苦参碱粗品;

5) 将苦参碱粗品用8~10倍量的石油醚热回流萃取,萃取液过滤浓缩至粗结晶3~5倍量时放置结晶24h,结晶完全后过滤,用5~10倍量石油醚清洗一次,然后置于40℃真空干燥,得苦参碱精品,纯度为96.5%~97.7%。

## 一种山豆根中苦参碱的纯化方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及苦参碱的纯化技术领域，具体是一种山豆根中苦参碱的纯化方法。

### 背景技术

[0002] 山豆根为豆科植物越南槐的根及根茎，别名：土豆根、广豆根、小黄连、岩黄连，是中国常用的传统珍贵药材，使用于东北、华北、华中等地。味苦，性寒，具有清火解毒、消肿止痛的功能。用于咽喉牙龈肿痛、肺热咳嗽及黄疸、热结便秘等症，外治热肿、毒虫咬伤。生物碱以苦参碱、氧化苦参碱为主，具有抗肿瘤等生理活性，因此对其研究具有重要意义。

[0003] 目前分离纯化苦参碱常用的方法有机溶剂萃取法、氧化铝柱层析法、硅胶柱层析法和大孔吸附树脂法。溶剂萃取法操作复杂，对设备和操作人员要求高，同时使用了大量有毒溶剂如氯仿、丙酮等，不仅对环境污染严重、操作安全性差，而且产品中有有害溶剂残留。氧化铝柱层析法和硅胶柱层析法所用洗脱剂为不同比例的氯仿、甲醇溶液，同样存在上述缺点。大孔树脂用于中药有效成分的分离，其选择性较高、解吸容易、操作简单、易于放大、可再生利用、有利于清洁生产等优势，已为业内所共识。本研究首次采用大孔树脂静态吸附和解吸纯化山豆根中苦参碱，经浓缩，溶解过滤和重结晶得到高纯度苦参碱。此方案简化了从山豆根中制备高纯度苦参碱的工艺流程，安全无毒，生产成本低，提纯度高，工业实用性强，适合规模生产。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种山豆根中苦参碱的纯化方法，该方法是利用大孔树脂静态吸附山豆根乙醇提取液，用水洗去未被树脂吸附的残留料液和水溶性杂质，再用乙醇溶液静态解吸目标化合物苦参碱，滤液经减压回收溶剂，纯化得到苦参碱粗提物，用热石油醚热回流重结晶得到苦参碱产品。

[0005] 本发明解决上述技术问题的技术方案如下：

[0006] 一种山豆根中苦参碱的纯化方法，按以下步骤操作：

[0007] 1. 以山豆根为原料，用15~20倍干山豆根粉末重量的体积浓度为50%~70%的乙醇浸泡，在乙醇中加入过量焦亚硫酸钠、亚硫酸钠、亚硫酸氢钠、硫代硫酸钠或碘化钾，浸置30~60分钟后于60℃~90℃下提取1次~3次，每次1小时~3小时，合并滤液，静置过夜，以除去淀粉类杂质和部分鞣质和蛋白质。得到山豆根苦参碱的乙醇提取液。

[0008] 2. 山豆根苦参碱的乙醇提取液在电动搅拌器的搅拌下进行大孔吸附树脂的静态吸附：吸附过程是在山豆根苦参碱的乙醇提取液中加入H103、X-5、D101、DF01或AB-8大孔吸附树脂，其中，大孔吸附树脂重量与山豆根苦参碱的乙醇提取液体积比为1:15~1:20，静态吸附的时间为1小时~3小时。

[0009] 3. 静态吸附完成后，用水洗去未被树脂吸附的残留料液和水溶性杂质，再用15~20倍树脂量的乙醇溶液静态解吸目标化合物苦参碱，静态解吸次数为1~3次，每次1~3小时。得到解吸液。

[0010] 4.解吸液经减压回收溶剂,浓缩得到苦参碱粗提物。苦参碱粗提物用水溶解,静置滤除沉淀后减压浓缩,得苦参碱粗品。

[0011] 5.将苦参碱粗品用8~10倍量的石油醚热回流萃取,萃取液过滤浓缩至粗结晶3~5倍量时放置结晶24h,结晶完全后过滤,用5~10倍量石油醚清洗一次,然后置于40℃真空干燥,得苦参碱精品,纯度为96.5%~97.7%。

[0012] 本发明的优点是:

[0013] 1.本发明优化了大孔树脂分离纯化苦参碱的生产工艺,采用静态吸附和解吸实现苦参碱的纯化,简化了工艺流程,工业实用性强,适合规模生产。

[0014] 2.本发明未采用氯仿、甲苯、乙醚、丙酮等毒性大、价格昂贵的有机溶剂,降低了工业成本和毒性。

## 具体实施方式

[0015] 下面结合实施例对本发明作进一步描述。

[0016] 实施例1

[0017] 一种山豆根中苦参碱的纯化方法,按以下步骤操作:

[0018] 1.以山豆根为原料,用15倍干山豆根粉末重量的体积浓度为50%的乙醇浸泡,在乙醇中加入过量焦亚硫酸钠,浸置30分钟后于60℃下提取3次,每次1小时,合并滤液,静置过夜,以除去淀粉类杂质和部分鞣质和蛋白质。得到山豆根苦参碱的乙醇提取液。

[0019] 2.山豆根苦参碱的乙醇提取液在电动搅拌器的搅拌下进行大孔吸附树脂的静态吸附:吸附过程是在山豆根苦参碱的乙醇提取液中加入H103大孔吸附树脂,其中,大孔吸附树脂重量与山豆根苦参碱的乙醇提取液体积比为1:20,静态吸附的时间为2小时。

[0020] 3.静态吸附完成后,用水洗去未被树脂吸附的残留料液和水溶性杂质,再用15倍树脂量的乙醇溶液静态解吸目标化合物苦参碱,静态解吸次数为1次,每次3小时。得到解吸液。

[0021] 4.解吸液经减压回收溶剂,浓缩得到苦参碱粗提物。苦参碱粗提物用水溶解,静置滤除沉淀后减压浓缩,得苦参碱粗品。

[0022] 5.将苦参碱粗品用8倍量的石油醚热回流萃取,萃取液过滤浓缩至粗结晶3倍量时放置结晶24h,结晶完全后过滤,用5倍量石油醚清洗一次,然后置于40℃真空干燥,得苦参碱精品,纯度为96.5%。

[0023] 实施例2

[0024] 一种山豆根中苦参碱的纯化方法,按以下步骤操作:

[0025] 1.以山豆根为原料,用18倍干山豆根粉末重量的体积浓度为55%的乙醇浸泡,在乙醇中加入过量亚硫酸钠,浸置40分钟后于70℃下提取2次,每次2小时,合并滤液,静置过夜,以除去淀粉类杂质和部分鞣质和蛋白质。得到山豆根苦参碱的乙醇提取液。

[0026] 2.山豆根苦参碱的乙醇提取液在电动搅拌器的搅拌下进行大孔吸附树脂的静态吸附:吸附过程是在山豆根苦参碱的乙醇提取液中加入X-5大孔吸附树脂,其中,大孔吸附树脂重量与山豆根苦参碱的乙醇提取液体积比为1:18,静态吸附的时间为2小时。

[0027] 3.静态吸附完成后,用水洗去未被树脂吸附的残留料液和水溶性杂质,再用18倍树脂量的乙醇溶液静态解吸目标化合物苦参碱,静态解吸次数为2次,每次1小时。得到解吸

液。

[0028] 4.解吸液经减压回收溶剂,浓缩得到苦参碱粗提物。苦参碱粗提物用水溶解,静置滤除沉淀后减压浓缩,得苦参碱粗品。

[0029] 5.将苦参碱粗品用9倍量的石油醚热回流萃取,萃取液过滤浓缩至粗结晶4倍量时放置结晶24h,结晶完全后过滤,用6倍量石油醚清洗一次,然后置于40℃真空干燥,得苦参碱精品,纯度为97.1%。

[0030] 实施例3

[0031] 一种山豆根中苦参碱的纯化.方法,按以下步骤操作:

[0032] 1.以山豆根为原料,用20倍干山豆根粉末重量的体积浓度为60%的乙醇浸泡,在乙醇中加入过量亚硫酸钠,浸置50分钟后于80℃下提取3次,每次1小时,合并滤液,静置过夜,以除去淀粉类杂质和部分鞣质和蛋白质。得到山豆根苦参碱的乙醇提取液。

[0033] 2.山豆根苦参碱的乙醇提取液在电动搅拌器的搅拌下进行大孔吸附树脂的静态吸附:吸附过程是在山豆根苦参碱的乙醇提取液中加入D101大孔吸附树脂,其中,大孔吸附树脂重量与山豆根苦参碱的乙醇提取液体积比为1:15,静态吸附的时间为3小时。

[0034] 3.静态吸附完成后,用水洗去未被树脂吸附的残留料液和水溶性杂质,再用20倍树脂量的乙醇溶液静态解吸目标化合物苦参碱,静态解吸次数为3次,每次1小时。得到解吸液。

[0035] 4.解吸液经减压回收溶剂,浓缩得到苦参碱粗提物。苦参碱粗提物用水溶解,静置滤除沉淀后减压浓缩,得苦参碱粗品。

[0036] 5.将苦参碱粗品用10倍量的石油醚热回流萃取,萃取液过滤浓缩至粗结晶4倍量时放置结晶24h,结晶完全后过滤,用8倍量石油醚清洗一次,然后置于40℃真空干燥,得苦参碱精品,纯度为97.5%。

[0037] 实施例4

[0038] 一种山豆根中苦参碱的纯化.方法,按以下步骤操作:

[0039] 1.以山豆根为原料,用16倍干山豆根粉末重量的体积浓度为65%的乙醇浸泡,在乙醇中加入过量硫代硫酸钠,浸置60分钟后于90℃下提取1次,每次3小时,合并滤液,静置过夜,以除去淀粉类杂质和部分鞣质和蛋白质。得到山豆根苦参碱的乙醇提取液。

[0040] 2.山豆根苦参碱的乙醇提取液在电动搅拌器的搅拌下进行大孔吸附树脂的静态吸附:吸附过程是在山豆根苦参碱的乙醇提取液中加入DF01大孔吸附树脂,其中,大孔吸附树脂重量与山豆根苦参碱的乙醇提取液体积比为1:20,静态吸附的时间为1小时。

[0041] 3.静态吸附完成后,用水洗去未被树脂吸附的残留料液和水溶性杂质,再用15倍树脂量的乙醇溶液静态解吸目标化合物苦参碱,静态解吸次数为2次,每次2小时。得到解吸液。

[0042] 4.解吸液经减压回收溶剂,浓缩得到苦参碱粗提物。苦参碱粗提物用水溶解,静置滤除沉淀后减压浓缩,得苦参碱粗品。

[0043] 5.将苦参碱粗品用8倍量的石油醚热回流萃取,萃取液过滤浓缩至粗结晶3倍量时放置结晶24h,结晶完全后过滤,用5倍量石油醚清洗一次,然后置于40℃真空干燥,得苦参碱精品,纯度为96.6%。

[0044] 实施例5

[0045] 一种山豆根中苦参碱的纯化.方法,按以下步骤操作:

[0046] 1.以山豆根为原料,用20倍干山豆根粉末重量的体积浓度为70%的乙醇浸泡,在乙醇中加入过量碘化钾,浸置30分钟后于80℃下提取2次,每次1.5小时,合并滤液,静置过夜,以除去淀粉类杂质和部分鞣质和蛋白质。得到山豆根苦参碱的乙醇提取液。

[0047] 2.山豆根苦参碱的乙醇提取液在电动搅拌器的搅拌下进行大孔吸附树脂的静态吸附:吸附过程是在山豆根苦参碱的乙醇提取液中加入AB-8大孔吸附树脂,其中,大孔吸附树脂重量与山豆根苦参碱的乙醇提取液体积比为1:15,静态吸附的时间为2小时。

[0048] 3.静态吸附完成后,用水洗去未被树脂吸附的残留料液和水溶性杂质,再用20倍树脂量的乙醇溶液静态解吸目标化合物苦参碱,静态解吸次数为3次,每次1小时。得到解吸液。

[0049] 4.解吸液经减压回收溶剂,浓缩得到苦参碱粗提物。苦参碱粗提物用水溶解,静置滤除沉淀后减压浓缩,得苦参碱粗品。

[0050] 5.将苦参碱粗品用10倍量的石油醚热回流萃取,萃取液过滤浓缩至粗结晶5倍量时放置结晶24h,结晶完全后过滤,用8倍量石油醚清洗一次,然后置于40℃真空干燥,得苦参碱精品,纯度为97.7%。