



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 91106269.6

[51] Int.Cl⁵

C07C 67/48

[43] 公开日 1993年5月5日

[22] 申请日 91.10.21

[71] 申请人 中国科学院大连化学物理研究所

地址 116011 辽宁省大连市中山路 161 号

[72] 发明人 刘和众

[74] 专利代理机构 中国科学院沈阳专利事务所

代理人 汪惠民

说明书页数: 4

附图页数: 1

[54] 发明名称 一种薏苡仁酯的提取方法

[57] 摘要

一种薏苡仁酯的提取方法,其特征在于是采用索氏提取器,以丙酮溶剂对原料进行回流抽提。同时在进行层析柱分离处理时采用碱或氨水处理的碱性氧化铝吸附剂层析柱。该工艺与目前采用的技术相比,抽取溶剂丙酮用量少,不用碱洗及用溴麝香草酚蓝指示剂处理氧化铝吸附剂。其工艺过程短,简便易行,分离效果好,产品的收率高可达 0.6%,并可较大幅度降低生产成品,因此适于在工业生产中应用。

<20>

权 利 要 求 书

1、一种薏苡仁酯的提取方法，包括以丙酮为溶剂萃取薏苡仁，用石油醚进行分离纯化及采用硅胶和氧化铝层析柱进行分离等工序，其特征在于丙酮萃取薏苡仁在索氏提取器中进行回流提取；进行氧化铝层析柱分离处理的吸附剂氧化铝采用先用碱或氨水溶液进行预处理制成碱性氧化铝再制成层析柱；所谓碱处理可采用氢氧化钠或氢氧化钾水溶液进行。

2、按照权利要求1所述的提取方法，其特征在于层析柱处理可采用在活性炭层析柱中进行。

3、按照权利要求1所述的提取方法，其特征在于丙酮萃取薏苡仁应回流抽提10小时以上，以保证原料中的薏苡仁酯被充分抽提出。

一种薏苡仁酯的提取方法

本发明涉及一种利用萃取技术从薏苡仁中提取薏苡仁酯的制备方法。

薏苡仁是一种古老的中药，有利尿、健胃、解抽痉及除疣等生物活性。60年初发现薏苡仁的丙酮提取物，能抑制鼠体艾氏癌细胞的生长，从而由其中分离出抗癌有效成分的薏苡仁酯。由于薏苡仁酯具有抗癌活性，对它的提取方法及应用研究均有报导，例如日本专利公开特许昭58—213719提供了一种以薏苡仁为原料用丙酮为溶剂萃取薏苡仁酯的方法。目前广泛采用的工艺主要包括下述步骤：

- 1、以干燥薏苡仁粉，于室温下用丙酮多次提取，提取液经减压浓缩，再经石油醚提纯得红棕色糖浆；
- 2、取上提取物溶于石油醚，用硅胶吸附柱层析；
- 3、所得产物用氢氧化钾水溶液洗去酸性物，得到不溶于碱的中性物；
- 4、首先用10% 溴麝香草酚蓝的氯仿溶液处理氧化铝，制成氧化铝吸附柱，再将上述得到的不溶于碱的中性产物通过氧化铝层析柱进行分离，以氯仿冲洗至氧化铝柱全部呈现黄色为止；
- 5、最后再一次将4所分离的中性物通过硅胶吸附柱进行层离制得成品薏苡仁酯。上述目前采用技术虽然工艺方法比较简例易行，但仍有一些技术问题，使在工业上应用尚存在一定难度。这主要为：1、使用大量的丙酮溶剂(2 Kg 原料需15 L 丙酮)，因此溶剂处理困难，扩大生产规模受到一定的限制；2、利用碱溶液洗涤操作过程极易乳化，因此使分离难于进行；3、氧化铝需用溴麝香草酚蓝处理，并要损耗大量氯仿，增加制造成本。4、产品收率低仅为原料的0.2% 在右。

本发明的目的是提供一种工艺简便的制备薏苡仁酯提取工艺方法，以适应工业化生产需要。

本发明在原薏苡提取技术的基础上，针对其使用溶剂量大，进行碱洗易乳化及氧化铝层析柱制备成本高等主要缺点，进行了较大的技术改进提出了一种简而易行的适用工业化采用的工艺方法。该工艺流程示意图如附图1所示。在附图1中，1、丙酮萃取薏苡仁；2、分离、回收溶剂；3、石油醚分离纯化薏苡仁油；4、分离、回收石油醚；5、石油醚冲洗硅胶层析柱；6、分离、回收石油醚；7、氯仿冲洗氧化铝层析柱；8、分离、回收氯仿；9、产品。由附图1所示的本发明薏苡仁酯制备工艺包括以丙酮为溶剂萃取薏苡仁1，用石油醚进行分离纯化薏苡仁油3，用石油醚冲洗对薏苡仁油进行硅胶层析分离处理5及用氯仿冲洗进行氧化铝层析分离处理得到7得到产品薏苡仁酯。该工艺的特征在于工序1丙酮萃取薏苡仁在索氏提取器中进行回流抽提，使溶剂丙酮的使用量可大幅度减少，只为普通萃取方法的1/4~1/5。这样省去处理大量溶剂的麻烦，减少了不安全因素；工序7所用层析柱吸附剂氧化铝先用碱或氨水溶液进行予处理，制成碱性氧化铝吸附剂再制成层析柱，不但氧化铝不必再用溴麝香草酚蓝指示剂处理，减少繁复处理过程，节省大量氯仿溶剂制备指示剂，而且可以省去普通制备工艺中用氢氧化钾进行碱洗过程，有效地避免碱洗过程易乳化而不易分离的技术问题，经碱性氧化铝吸附柱层析后提纯物可直接作为产品。所得产物收率也比原工艺提高3~5倍。上述碱溶液处理氧化铝过程可采用氢氧化钠或氢氧化钾水溶液进行，也可以用活性炭代替氧化铝作吸附剂，直接用于层析柱分离。此外在上述工艺中原料可以直接利用干燥的薏苡仁种仁，而不必将原料进行粉碎，既减少工序和设备，

也减少原料的损失，降低生产成本。具体地说，本发明的工艺过程如下。

将干燥的薏苡仁种仁直接置于索氏提取器中，用丙酮进行回流抽提，抽提时间应不少于10小时以保证薏苡仁酯被充分抽取出。提取液经(减压)蒸馏回收丙酮可再作为溶剂使用，并得到粗薏苡仁油，粗产品加石油醚滤出不溶物，随后回收石油醚得薏苡仁油，取上提取物溶于石油醚，加到硅胶层析柱，用石油醚作洗脱剂冲洗硅胶层析柱，蒸馏回收洗脱剂得黄色油状提取物，利用碱或氨水溶液予处理氧化铝制成碱性氧化铝吸附剂制成层析柱，将黄色油状提取物溶于氯仿，加到碱性氧化铝或活性炭层析柱内，用氯仿作为洗脱剂冲洗层析柱，蒸馏回收洗脱剂得到浅黄色中性油状物即为产品薏苡仁酯，其收率可达0.6%。下面通过实例对本发明的工艺给予进一步的说明。

实例 薏苡仁酯的提取

将干燥的薏苡仁种仁2公斤置于索氏提取器中，加丙酮.5立升回流抽取14小时，丙酮蒸馏(可减压蒸馏)回收，得红棕色糖浆约70克。在提取糖浆中加石油醚450 ml，分离除去石油醚不溶物，蒸馏回收石油醚得红棕色糖浆50克。把上50克糖浆用少量石油醚溶解，加到内装150克硅胶吸附柱上，用500 ml石油醚冲洗，蒸馏回收洗脱剂石油醚后得黄色油状物35克。用0.5N氢氧化钠水溶液浸渍氧化铝，浸渍后烘干得碱性氧化铝吸附剂，并装成氧化铝层析柱。将上述35克黄色油状提取物加少量氯仿溶解后加到内装500克碱性氧化铝层析柱中，用氯仿冲洗至氧化铝柱底部呈现黄色为止。蒸馏回收氯仿后得约12克浅黄色中性油状物，即为薏苡仁酯产物，产品收率可达0.6%。

实例2 薏苡仁酯的提取

以10% 氨水处理氧化铝并制碱性氧化铝层析柱。采用600克含上述碱性氧化铝的层析柱，处理实例1所述方法得到的35克黄色油状物，可得11克薏苡仁酯产物，产品收率为31.5%。

实例3 薏苡仁酯的提取

以200克活性炭制成层析柱。处理实例1所述方法得到的35克黄色油状物，可得12克薏苡仁酯，产品收率为34.3%。

由上述实例，采用本发明的提取工艺其方法简便易行，提取工序中溶剂丙酮的用量少，具其它各步均实现层析化，分离效果好。此外，该工艺省去碱洗工序，直接使用碱性氧化铝(Al_2O_3)层析柱来达到脱酸，层析之目的，缩短了工艺过程，提高产品的收率。同时可采用干燥薏苡仁种仁直接进行抽取反应，减少生产设备，提高原料使用率，并可较大幅度降低了生产成品。因此本发明的工艺方法适于在工业生产中应用。

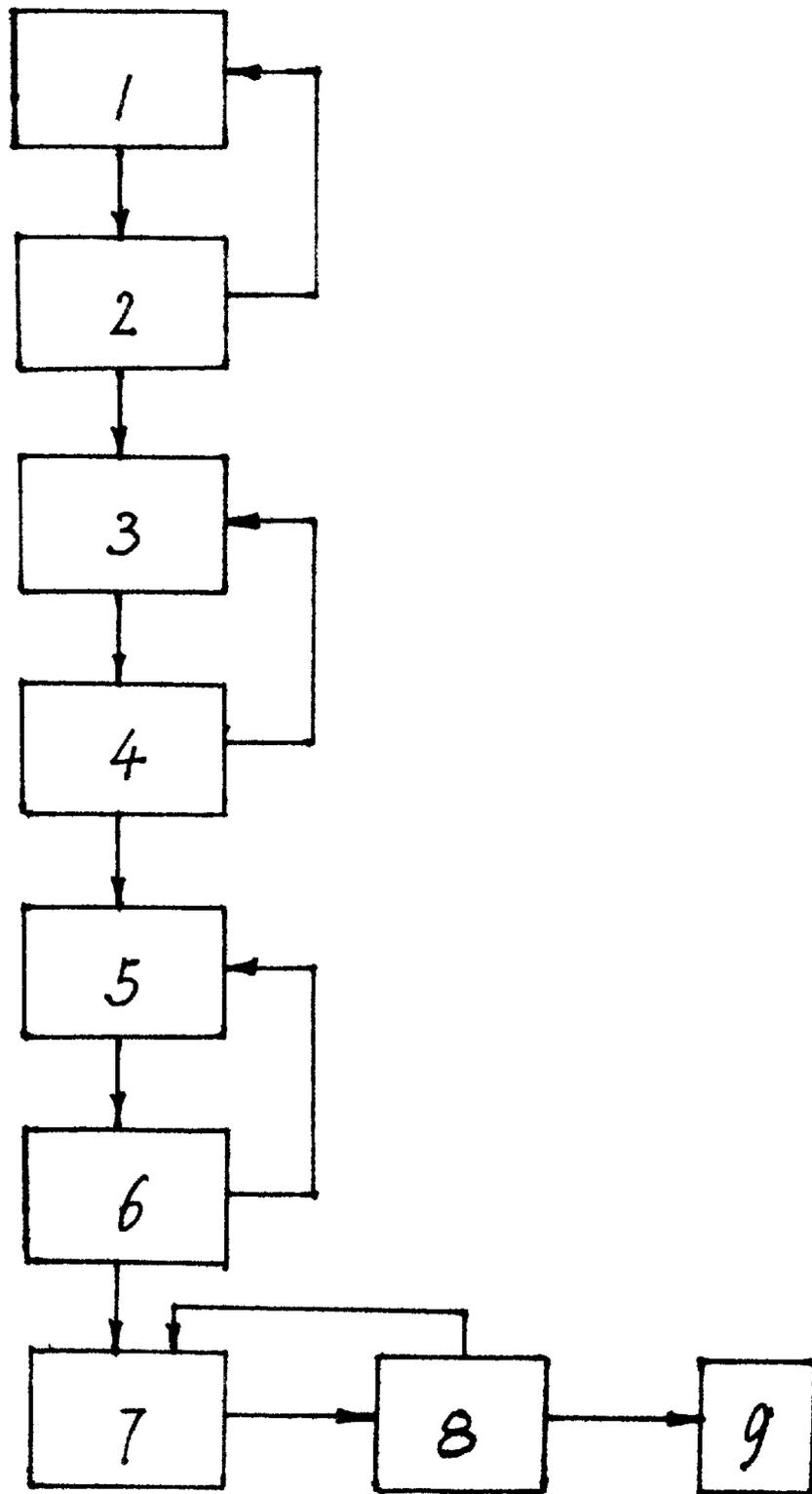


图 1