



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102526357 A

(43) 申请公布日 2012. 07. 04

(21) 申请号 201010603872. 9

(22) 申请日 2010. 12. 24

(71) 申请人 苏州宝泽堂医药科技有限公司

地址 215125 江苏省苏州市工业园区星湖街
218 号纳米科技园 A2 栋 101 室

(72) 发明人 李法庆 刘东锋

(51) Int. Cl.

A61K 36/86 (2006. 01)

C07D 311/16 (2006. 01)

A61P 29/00 (2006. 01)

A61P 31/04 (2006. 01)

A61P 39/06 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一种从紫花地丁中提取总黄酮及七叶内酯的方法

(57) 摘要

本发明提供一种从紫花地丁中提取总黄酮及七叶内酯的方法。方法是取紫花地丁原料, 粉碎加 7-15 倍量 50-80% 醇溶液回流提取 2-3 次, 滤过, 减压浓缩, 浓缩液加热水稀释后加入大孔树脂柱吸附, 醇溶液梯度洗脱, 洗脱液减压浓缩, 盐酸溶液调 pH3-5 放置沉淀, 沉淀物滤出, 20-40% 乙醇溶液回流溶解过滤, 固体物干燥得总黄酮产品, 滤液浓缩小体积放置结晶, 乙酸乙酯回流溶解重结晶, 结晶物干燥得七叶内酯产品。该方法具有原料利用率高、工业化程度高的优势。

1. 一种从紫花地丁中提取总黄酮及七叶内酯的方法,其特征在于包括以下步骤:

1) 取紫花地丁原料,粉碎加 7-15 倍量 50-80% 醇溶液回流提取 2-3 次,滤过,减压浓缩,得浓缩液;

2) 上述浓缩液加热水稀释后加入大孔树脂吸附,醇溶液梯度洗脱,洗脱液减压浓缩,盐酸溶液调 pH3-5 放置沉淀;

3) 上述沉淀物滤出,20-40% 乙醇溶液回流溶解过滤,固体物干燥得总黄酮产品,滤液浓缩小体积放置结晶;

4) 上述结晶物滤出,乙酸乙酯回流溶解过滤,放置重结晶,结晶物干燥得七叶内酯产品。

2. 根据权利要求 1 所述从紫花地丁中提取总黄酮及七叶内酯的方法,其特征在于所述步骤 1) 及步骤 2) 的醇为甲醇或乙醇。

3. 根据权利要求 1 所述从紫花地丁中提取总黄酮及七叶内酯的方法,其特征在于所述步骤 2) 大孔树脂型号可选 HZ816、SPD300、ADS-17 或 LSA-40 中的一种。

4. 根据权利要求 1 所述从紫花地丁中提取总黄酮及七叶内酯的方法,其特征在于所述步骤 2) 中醇溶液梯度为:3-5BV20-30% 醇溶液→ 4-6BV50-70% 醇溶液。

一种从紫花地丁中提取总黄酮及七叶内酯的方法

技术领域：

[0001] 本发明属于天然产物分离领域，特别是涉及一种从紫花地丁中提取总黄酮及七叶内酯的方法。

背景技术：

[0002] 紫花地丁为堇菜科植物植物，清热解毒，凉血消肿的功效，中医常用其治疗疔疮，痈肿，瘰疬，黄疸，痢疾，腹泻，目赤，喉痹，毒蛇咬伤。紫花地丁全草含甙类、黄酮类、酯类等成分。其中黄酮类和七叶内酯是主要功能性成分。

[0003] 紫花地丁总黄酮具有抗菌、抗炎和抗氧化作用。李定刚等利用超声提取，硅胶柱层析分离纯化，得到纯度达到 97.5% 黄酮类化合物。该类化合物对沙门氏菌和乳房炎病原菌包括金黄色葡萄球菌、链球菌、链球菌、链球菌及大肠杆菌都有良好的抑制作用。文赤夫等对紫花地丁中芹菜素进行清除自由基活性研究。试验结果：相同浓度的 VC、VE 与紫花地丁芹菜素比较，紫花地丁芹菜素对超氧阴离子自由基的清除效果比 VC、VE 都强。

[0004] 七叶内酯是香豆素类化合物，具有抗菌、抗炎及镇咳祛痰作用，对细菌性痢疾、急性肠炎有较好治疗效果，兼有退热作用，毒副作用小，几无苦味。

[0005] 现有从紫花地丁提取黄酮方法，多是醇溶液提取，辅助超声微波，在进行纯化处理。从紫花地丁中提取七叶内酯的方法也多是科学研究。如“紫花地丁中水溶性化学成分的研究”和“紫花地丁化学成分的研究”，两篇文献都是采用用醇浸泡提取，减压蒸馏，用热水溶解后，其悬浮液用乙酸乙酯进行萃取，得乙酸乙酯部分，硅胶柱层析纯化，此类方法不适合工业化生产。

[0006] 同时从紫花地丁中提取两种产物的工业化方法较少。

发明内容：

[0007] 本发明要解决的技术问题是提供一种从紫花地丁中提取总黄酮及七叶内酯的方法，该方法易于工业化。

[0008] 为了解决上述技术问题，本发明的目的是这样来实现的：

[0009] 一种从紫花地丁中提取总黄酮及七叶内酯的方法，其特征在于包括以下步骤：

[0010] 1) 取紫花地丁原料，粉碎加 7-15 倍量 50-80% 醇溶液回流提取 2-3 次，滤过，减压浓缩，得浓缩液；

[0011] 2) 上述浓缩液加热水稀释后加入大孔树脂吸附，醇溶液梯度洗脱，洗脱液减压浓缩，盐酸溶液调 pH3-5 放置沉淀；

[0012] 3) 上述沉淀物滤出，20-40% 乙醇溶液回流溶解过滤，固体物干燥得总黄酮产品，滤液浓缩小体积放置结晶；

[0013] 4) 上述结晶物滤出，乙酸乙酯回流溶解过滤，放置重结晶，结晶物干燥得七叶内酯产品。

[0014] 所述步骤 1) 及步骤 2) 的醇为甲醇或乙醇。

[0015] 所述步骤 2) 大孔树脂型号可选 HZ816、SPD300、ADS-17 或 LSA-40 中的一种。

[0016] 所述步骤 2) 中醇溶液梯度为 :3-5BV20-30%醇溶液→ 4-6BV50-70%醇溶液。

[0017] 本发明的积极效果在于 :原料利用率高,一个工艺同时得到了两种产品,成本低 ;本方法是利用总黄酮和七叶内酯的共性溶于较高醇溶液,进行提取,又利用大孔树脂纯化后,溶解度差异,七叶内酯溶于低浓度沸乙醇,分离两种产品,比硅胶柱、萃取等工艺简单,适合工业化生产。

[0018] 下面将结合具体实施方式进一步说明本发明,但本发明要求保护的范围并不局限于下列实施方式。

具体实施方式 :

[0019] 实施例 1 :

[0020] 取紫花地丁原料粉碎,取 1kg,加 12kg50%乙醇回流提取 2 次,每次提取 3 小时,滤过得提取液,减压回收乙醇,浓缩液加热水稀释后加 HZ816(树脂 500ml)大孔树脂柱吸附,吸附结束后,先用 2.5L20%乙醇溶液洗脱杂质,再用 2L70%乙醇溶液洗脱有效成分,收集洗脱液减压回收乙醇,趁热用 5%盐酸溶液调节 pH3,放置沉淀,沉淀物滤出用 200ml40%乙醇溶液回流溶解,过滤,固体物干燥得总黄酮 22g,含量 87.6%。滤液减压浓缩至 80ml 放置结晶,结晶物滤出,乙酸乙酯回流溶解过滤,放置重结晶,结晶物真空干燥,得七叶内酯淡黄色结晶 1.9g,含量 85.1%。

[0021] 实施例 2 :

[0022] 取紫花地丁原料粉碎,取 1kg,加 10kg80%乙醇回流提取 2 次,每次提取 2 小时,滤过得提取液,减压回收乙醇,浓缩液加热水稀释后加 SPD300(树脂 500ml)大孔树脂柱吸附,吸附结束后,先用 1.5L30%乙醇溶液洗脱杂质,再用 2.5L60%乙醇溶液洗脱有效成分,收集洗脱液减压回收乙醇,趁热用 10%盐酸溶液调节 pH5,放置沉淀,沉淀物滤出用 300ml20%乙醇溶液回流溶解,过滤,固体物干燥得总黄酮 20g,含量 90.6%。滤液减压浓缩至 150ml 放置结晶,结晶物滤出,乙酸乙酯回流溶解过滤,放置重结晶,结晶物真空干燥,得七叶内酯淡黄色结晶 2.1g,含量 86.3%。

[0023] 实施例 3 :

[0024] 取紫花地丁原料粉碎,取 1kg,加 8kg60%甲醇回流提取 3 次,每次提取 1 小时,滤过得提取液,减压回收乙醇,浓缩液加热水稀释后加 ADS-17(树脂 500ml)大孔树脂柱吸附,吸附结束后,先用 1.5L30%甲醇溶液洗脱杂质,再用 2.5L60%甲醇溶液洗脱有效成分,收集洗脱液减压回收甲醇,趁热用 10%盐酸溶液调节 pH4,放置沉淀,沉淀物滤出用 200ml40%乙醇溶液回流溶解,过滤,固体物干燥得总黄酮 21g,含量 89.6%。滤液减压浓缩至 90ml 放置结晶,结晶物滤出,乙酸乙酯回流溶解过滤,放置重结晶,结晶物真空干燥,得七叶内酯淡黄色结晶 2.2g,含量 87.8%。

[0025] 实施例 4 :

[0026] 取紫花地丁原料粉碎,取 1kg,加 10kg70%甲醇回流提取 3 次,每次提取 1 小时,滤过得提取液,减压回收乙醇,浓缩液加热水稀释后加 LSA-40(树脂 500ml)大孔树脂柱吸附,吸附结束后,先用 1.5L30%甲醇溶液洗脱杂质,再用 2.5L60%甲醇溶液洗脱有效成分,收集洗脱液减压回收甲醇,趁热用 10%盐酸溶液调节 pH3,放置沉淀,沉淀物滤出用

200ml30%乙醇溶液回流溶解,过滤,固体物干燥得总黄酮 24g,含量 86.8%。滤液减压浓缩至 100ml 放置结晶,结晶物滤出,乙酸乙酯回流溶解过滤,放置重结晶,结晶物真空干燥,得七叶内酯淡黄色结晶 2.0g,含量 90.9%。

[0027] 实施例 5:

[0028] 取紫花地丁原料粉碎,取 10kg,加 100kg70%乙醇回流提取 2 次,每次提取 2 小时,滤过得提取液,减压回收乙醇,浓缩液加热水稀释后加 SPD300(树脂 5000ml)大孔树脂柱吸附,吸附结束后,先用 15L30%乙醇溶液洗脱杂质,再用 25L60%乙醇溶液洗脱有效成分,收集洗脱液减压回收乙醇,趁热用 10%盐酸溶液调节 pH4,放置沉淀,沉淀物滤出用 3L30%乙醇溶液回流溶解,过滤,固体物干燥得总黄酮 224g,含量 88.1%。滤液减压浓缩至 1.2L 放置结晶,结晶物滤出,乙酸乙酯回流溶解过滤,放置重结晶,结晶物真空干燥,得七叶内酯淡黄色结晶 22.5g,含量 84.7%。