



(21)申请号 201811258828.1

(22)申请日 2018.10.26

(71)申请人 陕西师范大学

地址 710062 陕西省西安市市辖区长安南路199号

(72)发明人 马骥 张贵凤

(74)专利代理机构 北京高文律师事务所 11359

代理人 徐江华 吴红利

(51)Int.Cl.

A61K 36/12(2006.01)

A61P 31/04(2006.01)

A61P 31/10(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

莢果蕨酚酸的制备方法

(57)摘要

本发明提供一种莢果蕨酚酸的制备方法,包括步骤:a.原材料的前处理:清洗莢果蕨新鲜材料后自然阴干,粉碎后脱脂晾干,用塑封袋保存;b.取适量步骤a得到的物料,加入乙醇提取,进行超声辅助提取莢果蕨酚酸;c.向步骤b得到的莢果蕨酚酸提取物加入NaOH进行水解1-2小时,用HCl调节PH,旋蒸直至无醇味,离心去除沉淀,用乙酸乙酯萃取2-3次,旋蒸干,再用适量蒸馏水溶解,冷冻干燥成粉末;d.用蒸馏水溶解冻干粉末,得到莢果蕨酚酸粗提液;采用大孔树脂吸附莢果蕨酚酸,获得莢果蕨酚酸分离物。通过本发明,莢果蕨分离物中主要酚酸类成分得到了有效的分离,分离效果好,可重复性高,稳定性好。

1. 一种荚果蕨酚酸的制备方法,其包括如下步骤:

a. 原材料的前处理:清洗荚果蕨新鲜材料后自然阴干,粉碎后脱脂晾干,用塑封袋保存;

b. 取适量步骤a得到的物料,加入乙醇提取,进行超声辅助提取荚果蕨酚酸;

c. 向步骤b得到的荚果蕨酚酸提取物加入NaOH进行水解1-2小时,用HCl调节PH,旋蒸直至无醇味,离心去除沉淀,用乙酸乙酯萃取2-3次,旋蒸干,再用适量蒸馏水溶解,冷冻干燥成粉末;

d. 用蒸馏水溶解冻干粉末,得到荚果蕨酚酸粗提液;采用大孔树脂吸附荚果蕨酚酸,获得荚果蕨酚酸分离物。

2. 根据权利要求1所述的制备方法,其中所述步骤a中对荚果蕨新鲜材料进行粉碎并过60目筛,采用石油醚脱脂后晾干,用塑封袋保存。

3. 根据权利要求1所述的制备方法,其中所述步骤b中乙醇浓度50wt%,超声时间40-50min,超声温度45-50℃,料液质量比为1:30。

4. 根据权利要求1所述的制备方法,其中所述步骤c中NaOH为2mol/L,PH=2。

5. 根据权利要求1所述的制备方法,其中所述大孔树脂为S-8型大孔树脂。

6. 根据权利要求1所述的制备方法,其中所述大孔树脂需要进行预处理,过程为倒入95%乙醇,泡24小时后倒去白色杂物,用蒸馏水洗至无醇味,再倒入5%盐酸浸泡8小时,用蒸馏水洗至中性,再倒入5%氢氧化钠浸泡8小时,用蒸馏水洗至中性,加蒸馏水浸泡大孔树脂。

荚果蕨酚酸的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种药品制备方法,尤其是涉及一种荚果蕨酚酸的制备方法。

背景技术

[0002] 秦巴山区荚果蕨资源丰富,然而,由于缺乏相关研究基础,荚果蕨资源的开发利用受到了一定限制,因此,有必要进一步加强荚果蕨有效成分及药效学研究,为荚果蕨资源的综合开发利用提供依据。

[0003] 荚果蕨作为民间药食同源蕨类植物,其首要药效是清热解毒。现代药理研究证明清热解毒类药物具有广谱抗菌功能,对细菌所致感染炎症有效,且多作为烧烫伤外敷或内服用药。经大量研究表明,荚果蕨中的酚酸类成分具有较强的抑菌活性,甚至具有抗真菌潜力。这就意味着荚果蕨中酚酸类成分是抑菌、抗炎的主要活性成分。

[0004] 为了获得和利用荚果蕨酚酸类成分,人们以荚果蕨类物质作为原料,对其进行提取、分离及主要成分分析,并进行抑菌方面的药效学研究,同时,建立深II度烫伤感染小鼠模型,探讨荚果蕨酚酸对该模型的治疗作用,从而探索荚果蕨的多种药用功能,为荚果蕨资源开发成抑菌药品、保健品、天然食品等产品提供可靠数据。

[0005] 目前的提取方法提取出的酚酸粗提物中,酚酸含量相对较低,无法获得高含量或高纯度的酚酸成分,难以对荚果蕨进行有价值的商业化利用,阻碍了荚果蕨深加工产业的发展。因此,非常有必要改进现有的酚酸制备方法,对酚酸粗提物进行充分纯化,以获得高含量或高纯度的酚酸成分。

发明内容

[0006] 针对背景技术指出的问题,本发明提出一种新的荚果蕨酚酸的制备方法,以制备高含量或高纯度的酚酸成分。

[0007] 本发明的荚果蕨酚酸的制备方法其技术方案如下:

[0008] a. 原材料的前处理:清洗荚果蕨新鲜材料后自然阴干,粉碎后脱脂晾干,用塑封袋保存;

[0009] b. 取适量步骤a得到的物料,加入乙醇提取,进行超声辅助提取荚果蕨酚酸;

[0010] c. 向步骤b得到的荚果蕨酚酸提取物加入NaOH进行水解1-2小时,用HCl调节PH,旋蒸直至无醇味,离心去除沉淀,用乙酸乙酯萃取2-3次,旋蒸干,再用适量蒸馏水溶解,冷冻干燥成粉末;

[0011] d. 用蒸馏水溶解冻干粉末,得到荚果蕨酚酸粗提液;采用大孔树脂吸附荚果蕨酚酸,获得荚果蕨酚酸分离物。

[0012] 优选地,所述步骤a中对荚果蕨新鲜材料进行粉碎并过60目筛,采用石油醚脱脂后晾干,用塑封袋保存。

[0013] 优选地,所述步骤b中乙醇浓度50wt%,超声时间40-50min,超声温度 45-50℃,料液质量比为1:30。

[0014] 优选地,所述步骤c中NaOH为2mol/L,PH=2。

[0015] 优选地,所述大孔树脂为S-8型大孔树脂。

[0016] 优选地,所述大孔树脂需要进行预处理,过程为倒入95%乙醇,泡24小时后倒去白色杂物,用蒸馏水洗至无醇味,再倒入5%盐酸浸泡8小时,用蒸馏水洗至中性,再倒入5%氢氧化钠浸泡8小时,用蒸馏水洗至中性,加蒸馏水浸泡大孔树脂。

[0017] 本发明的茛菪酚酸的制备方法分离、纯化效果好,可重复性高,稳定性好。同时,该方法操作简单易行,成本较低,洗脱剂为乙醇,无毒易回收。大孔吸附树脂凭其成本低,选择性好,吸附承载量大,交换速度快,易再生等优势,在本发明中被适宜采用。

具体实施方式

[0018] 本发明涉及一种新的茛菪酚酸的制备方法,通过该方法可以制备高含量或高纯度的酚酸成分。

[0019] 本发明的茛菪酚酸的制备方法包括下述步骤:

[0020] a. 原材料的前处理:清洗茛菪新鲜材料后自然阴干,粉碎后脱脂晾干,用塑封袋保存;在该步骤中优选对茛菪新鲜材料进行粉碎并过60目筛,采用石油醚脱脂后晾干。

[0021] b. 取适量步骤a得到的物料,加入乙醇提取,进行超声辅助提取茛菪酚酸;该步骤中采用乙醇作为提取液,同时施加超声波能量,可以极大程度提高酚酸提取率。为了更好地提取酚酸,所述步骤b中乙醇浓度50wt%,超声时间40-50min,超声温度45-50℃,料液质量比为1:30。

[0022] c. 向步骤b得到的茛菪酚酸提取物加入NaOH进行水解1-2小时,用HCl调节PH,旋蒸直至无醇味,离心去除沉淀,用乙酸乙酯萃取2-3次,旋蒸干,再用适量蒸馏水溶解,冷冻干燥成粉末;优选,所述步骤c中NaOH 为2mol/L,PH=2。

[0023] d. 用蒸馏水溶解冻干粉末,得到茛菪酚酸粗提液;采用大孔树脂吸附茛菪酚酸,获得茛菪酚酸分离物。这里,所述大孔树脂可以为S-8 型大孔树脂。

[0024] 优选地,所述大孔树脂S-8需要进行预处理,过程为倒入95%乙醇,泡24小时后倒去白色杂物,用蒸馏水洗至无醇味,再倒入5%盐酸浸泡8 小时,用蒸馏水洗至中性,再倒入5%氢氧化钠浸泡8小时,用蒸馏水洗至中性,加蒸馏水浸泡大孔树脂。经过前述处理后的大孔树脂S-8对茛菪酚酸表现出非常高的吸附能力,能够有效吸附分离出高纯度的茛菪酚酸。

[0025] 下面结合具体实施例对本发明进行具体的说明。

[0026] 实施例1

[0027] 本实施例的茛菪酚酸的制备方法如下:

[0028] a. 原材料的前处理:清洗茛菪新鲜材料后自然阴干,粉碎并过60目筛,采用石油醚脱脂后晾干,用塑封袋保存;

[0029] b. 取适量步骤a得到的物料,加入50wt%乙醇提取,进行超声辅助提取茛菪酚酸,超声时间42min,超声温度48℃,料液质量比为1:30;

[0030] c. 向步骤b得到的茛菪酚酸提取物加入2mol/L NaOH进行水解1小时,用HCl调节PH为2,旋蒸直至无醇味,离心去除沉淀,用乙酸乙酯萃取2次,旋蒸干,再用适量蒸馏水溶解,冷冻干燥成粉末;

[0031] d.用蒸馏水溶解冻干粉末,得到荚果蕨酚酸粗提液;采用S-8型大孔树脂吸附荚果蕨酚酸,获得荚果蕨酚酸分离物。

[0032] 在此,所述S-8型大孔树脂需要进行预处理,过程为:倒入95%乙醇,泡 24小时后倒去白色杂物,用蒸馏水洗至无醇味,再倒入5%盐酸浸泡8小时,用蒸馏水洗至中性,再倒入5%氢氧化钠浸泡8小时,用蒸馏水洗至中性,加蒸馏水浸泡大孔树脂。

[0033] 通过对S-8型大孔树脂吸附的荚果蕨酚酸进行解吸,对获得的荚果蕨酚酸分离物进行分析,酚酸含量为98.2%,荚果蕨酚酸类成分的回收率为80.5%。

[0034] 实施例2

[0035] 本实施例的荚果蕨酚酸的制备方法如下:

[0036] a.原材料的前处理:清洗荚果蕨新鲜材料后自然阴干,粉碎并过60目筛,采用石油醚脱脂后晾干,用塑封袋保存;

[0037] b.取适量步骤a得到的物料,加入50wt%乙醇提取,进行超声辅助提取荚果蕨酚酸,超声时间45min,超声温度49℃,料液质量比为1:30;

[0038] c.向步骤b得到的荚果蕨酚酸提取物加入2mol/L NaOH进行水解1小时,用HCl调节PH为2,旋蒸直至无醇味,离心去除沉淀,用乙酸乙酯萃取3次,旋蒸干,再用适量蒸馏水溶解,冷冻干燥成粉末;

[0039] d.用蒸馏水溶解冻干粉末,得到荚果蕨酚酸粗提液;采用S-8型大孔树脂吸附荚果蕨酚酸,获得荚果蕨酚酸分离物。

[0040] 在此,所述S-8型大孔树脂需要进行预处理,过程为:倒入95%乙醇,泡 24小时后倒去白色杂物,用蒸馏水洗至无醇味,再倒入5%盐酸浸泡8小时,用蒸馏水洗至中性,再倒入5%氢氧化钠浸泡8小时,用蒸馏水洗至中性,加蒸馏水浸泡大孔树脂。

[0041] 通过对S-8型大孔树脂吸附的荚果蕨酚酸进行解吸,对获得的荚果蕨酚酸分离物进行分析,酚酸含量为98.7%,荚果蕨酚酸类成分的回收率为81.6%。

[0042] 实施例3

[0043] 本实施例的荚果蕨酚酸的制备方法如下:

[0044] a.原材料的前处理:清洗荚果蕨新鲜材料后自然阴干,粉碎并过60目筛,采用石油醚脱脂后晾干,用塑封袋保存;

[0045] b.取适量步骤a得到的物料,加入50wt%乙醇提取,进行超声辅助提取荚果蕨酚酸,超声时间47min,超声温度50℃,料液质量比为1:30;

[0046] c.向步骤b得到的荚果蕨酚酸提取物加入2mol/L NaOH进行水解1小时,用HCl调节PH为2,旋蒸直至无醇味,离心去除沉淀,用乙酸乙酯萃取3次,旋蒸干,再用适量蒸馏水溶解,冷冻干燥成粉末;

[0047] d.用蒸馏水溶解冻干粉末,得到荚果蕨酚酸粗提液;采用S-8型大孔树脂吸附荚果蕨酚酸,获得荚果蕨酚酸分离物。

[0048] 在此,所述S-8型大孔树脂需要进行预处理,过程为:倒入95%乙醇,泡 24小时后倒去白色杂物,用蒸馏水洗至无醇味,再倒入5%盐酸浸泡8小时,用蒸馏水洗至中性,再倒入5%氢氧化钠浸泡8小时,用蒸馏水洗至中性,加蒸馏水浸泡大孔树脂。

[0049] 通过对S-8型大孔树脂吸附的荚果蕨酚酸进行解吸,对获得的荚果蕨酚酸分离物进行分析,酚酸含量为97.9%,荚果蕨酚酸类成分的回收率为81.2%。

[0050] 综上,本发明的莢果蕨酚酸的制备方法分离、纯化效果好,酚酸含量高达 90%以上。同时,该方法操作简单易行,成本较低,洗脱剂为乙醇,无毒易回收。S-8型大孔吸附树脂吸附承载量大,交换速度快,易再生,在本发明中被适宜采用。