



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105294814 A

(43) 申请公布日 2016. 02. 03

(21) 申请号 201510677086. 6

(22) 申请日 2015. 10. 20

(71) 申请人 浙江大学宁波理工学院

地址 315100 浙江省宁波市鄞州区钱湖南路
1 号

(72) 发明人 阮晓 王强

(74) 专利代理机构 宁波奥圣专利代理事务所
(普通合伙) 33226

代理人 程晓明

(51) Int. Cl.

C07J 71/00(2006. 01)

权利要求书1页 说明书2页

(54) 发明名称

用超声波从贝母花中提取贝母甲素的方法

(57) 摘要

本发明公开了用超声波从贝母花中提取贝母甲素的方法,贝母花粉末装在超声萃取釜中,用乙酸水溶液为溶剂,在超声发生方式为:超声波功率为 120~140W,超声频率为 28~30kHz,它激式超声发声,径向振动柱状换能器,间隔 3min 超声一次,每次超声 6min,于 35~45℃气升式搅拌条件下,超声提取,提取液用大孔树脂层析柱层析,乙醇洗脱,95%乙醇洗脱的洗脱液减压浓缩,再用 100 目硅胶柱层析,乙酸乙酯-甲醇混合液洗脱,收集 162~205min 洗脱液,浓缩干燥,得到白色的贝母甲素。该方法步骤简单,提取时间缩短,提取效率较高,每公斤浙贝母花可以提取贝母甲素 1.7 克左右,且将贝母花充分利用,提高种植贝母的价值。

1. 用超声波从贝母花中提取贝母甲素的方法,其特征在于步骤如下:

a、将当日摘取的鲜贝母花风干后粉碎,过 45 ~ 60 目筛,得到贝母花粉末;

b、将上述贝母花粉末装入超声萃取釜中,加入质量百分浓度 0.5 ~ 1% 乙酸水溶液,在超声发生方式为:超声波功率为 120 ~ 140W,超声频率为 28 ~ 30kHz,它激式超声发声,径向振动柱状换能器,间隔 3min 超声一次,每次超声 6min,于 35 ~ 45°C 气升式搅拌条件下,超声提取 90 ~ 120min,过滤,得到贝母花提取液,所述浙贝母花粉末与所述乙酸水溶液的质量体积比为 1 Kg : 18 ~ 20 L;

c、将贝母花提取液在压力为 450 ~ 500Pa 的条件下,减压浓缩 90 ~ 120min,将浓缩液用质量百分浓度 5% 氢氧化钠调节 pH 至 10, D101 型大孔树脂层析柱层析,以每小时两个柱床体积的流速用蒸馏水洗层析柱,洗至流出液无色,再用 2 个柱床体积的质量百分浓度 50% 乙醇洗层析柱,然后用 8 个柱床体积的质量百分浓度 95% 乙醇洗脱,收集 95% 乙醇洗脱液,在 450 ~ 500Pa 的条件下减压浓缩 30 ~ 45min,得到贝母浓缩液;

d、贝母浓缩液用 100 目硅胶柱层析,每小时以 4 ~ 6 柱床体积流速用体积比 17 : 2 的乙酸乙酯 - 甲醇混合液洗脱,收集 162 ~ 205 min 洗脱液,浓缩干燥,得到白色的贝母甲素。

2. 如权利要求 1 所述的用超声波从贝母花中提取贝母甲素的方法,其特征在于步骤 b 中,超声波功率为 128W,超声频率为 30kHz,于 42°C 气升式搅拌条件下,超声提取 120min,步骤 c 中,贝母花提取液在压力为 450 ~ 500Pa 的条件下,减压浓缩 120min。

3. 如权利要求 1 所述的用超声波从贝母花中提取贝母甲素的方法,其特征在于步骤 b 中,超声波功率为 140W,超声频率为 29kHz,于 35°C 气升式搅拌条件下,超声提取 100min,步骤 c 中,贝母花提取液在压力为 450 ~ 500Pa 的条件下,减压浓缩 100min。

用超声波从贝母花中提取贝母甲素的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及贝母总生物碱的提取,具体涉及用超声波从贝母花中提取贝母甲素的方法。

背景技术

[0002] 贝母是百合科(*Liliaceae*)贝母属(*Fritillaria*)植物,传统药用部位为其鳞茎,贝母主治伤寒烦热、咳嗽止气、安五脏、利骨髓、消痰润心肺,兼有消炎退肿、治疗痈疔肿毒等功效。1982年版《中药志》述:有“清热润肺、化痰止咳、散结功能等功效”,临床用于痰热咳嗽、脸色闷痰,治瘰疬和疮疡肿毒。贝母主要药用成份为贝母生物碱,包括贝母甲素、贝母乙素等,贝母生物碱具有自由基清除活性。目前从贝母中提取总生物碱的方法为传统的有机溶剂萃取,如公告号为CN1146425的发明专利,就公开了先将贝母用95%乙醇回流,加2%盐水溶解后,依次用石油醚、醋酸乙酯萃取多次,再用氯仿萃取,得到贝母总生物碱,然后再用硅胶柱层析贝母总生物碱,氯仿-甲醇洗脱,洗脱液浓缩后得到贝母甲素($C_{27}H_{45}NO_3$)。但传统方法萃取复杂,需反复萃取,萃取时间长,萃取效率低,且是以贝母鳞茎作为原料,而贝母花大多腐烂在田野中,得不到利用。

发明内容

[0003] 本发明所要解决的技术问题是提供一种提取简单、时间短、效率高的用超声波从贝母花中提取贝母甲素的方法。

[0004] 本发明解决上述技术问题所采用的技术方案为:用超声波从贝母花中提取贝母甲素的方法,其步骤如下:

a、将当日摘取的鲜贝母花风干后粉碎,过45~60目筛,得到贝母花粉末;

b、将上述贝母花粉末装入超声萃取釜中,加入质量百分浓度0.5~1%乙酸水溶液,在超声发生方式为:超声波功率为120~140W,超声频率为28~30kHz,它激式超声发声,径向振动柱状换能器,间隔3min超声一次,每次超声6min,于35~45℃气升式搅拌条件下,超声提取90~120min,过滤,得到贝母花提取液,所述浙贝母花粉末与所述乙酸水溶液的质量体积比为1Kg:18~20L;

c、将贝母花提取液在压力为450~500Pa的条件下,减压浓缩90~120min,将浓缩液用质量百分浓度5%氢氧化钠调节pH至10,D101型大孔树脂层析柱层析,以每小时两个柱床体积的流速用蒸馏水洗层析柱,洗至流出液无色,再用2个柱床体积的质量百分浓度50%乙醇洗层析柱,然后用8个柱床体积的质量百分浓度95%乙醇洗脱,收集95%乙醇洗脱液,在450~500Pa的条件下减压浓缩30~45min,得到贝母浓缩液;

d、贝母浓缩液用100目硅胶柱层析,每小时以4~6柱床体积流速用体积比17:2的乙酸乙酯-甲醇混合液洗脱,收集162~205min洗脱液,浓缩干燥,得到白色的贝母甲素。

[0005] 与现有技术相比,本发明的优点在于用超声波从贝母花中提取贝母甲素的方法,贝母花粉末装在超声萃取釜中,用乙酸水溶液为溶剂,在超声发生方式为:超声波功率为

120 ~ 140W, 超声频率为 28 ~ 30kHz, 它激式超声发声, 径向振动柱状换能器, 间隔 3min 超声一次, 每次超声 6min, 于 35 ~ 45°C 气升式搅拌条件下, 超声提取, 提取液用大孔树脂层析柱层析, 乙醇洗脱, 95% 乙醇洗脱的洗脱液减压浓缩, 再用 100 目硅胶柱层析, 乙酸乙酯 - 甲醇混合液洗脱, 收集 162 ~ 205 min 洗脱液, 浓缩干燥, 得到白色的贝母甲素。该方法步骤简单, 提取时间缩短, 提取效率较高, 每公斤浙贝母花可以提取贝母甲素 1.7 克左右, 且将贝母花充分利用, 提高种植贝母的价值。

具体实施方式

[0006] 以下结合实施例对本发明作进一步详细描述。

[0007] 实施例 1

将当日摘取的鲜贝母花(可以是浙贝母、川贝母等) 风干后粉碎, 过 45 ~ 60 目筛, 得到贝母花粉末, 1Kg 贝母花粉末装入超声萃取釜中, 加入质量百分浓度 0.5 ~ 1% 乙酸水溶液 18 ~ 20L, 在超声发生方式为: 超声波功率为 128W, 超声频率为 30kHz, 它激式超声发声, 径向振动柱状换能器, 间隔 3min 超声一次, 每次超声 6min, 于 42°C 气升式搅拌条件下超声提取 120min, 过滤, 得到贝母花提取液, 提取液在压力为 450 ~ 500Pa 的条件下, 减压浓缩 120min, 浓缩液用质量百分浓度 5% 氢氧化钠调节 pH 至 10, 在 D101 型大孔树脂层析柱层析, 先以每小时两个柱床体积的流速用蒸馏水洗层析柱, 洗至流出液无色, 再用 2 个柱床体积的质量百分浓度 50% 乙醇洗层析柱, 然后用 8 个柱床体积质量百分浓度 95% 乙醇洗脱, 收集 95% 乙醇洗脱液, 在 450 ~ 500Pa 的条件下减压浓缩 30 ~ 45min, 得到贝母浓缩液, 贝母浓缩液用 100 目硅胶柱层析, 每小时 4 ~ 6 柱床体积的流速用乙酸乙酯 - 甲醇(体积比 17 : 2) 洗脱, 收集 162 ~ 205 min 洗脱液, 浓缩干燥, 得到白色化合物 1.7 克, 该白色不定型化合物为贝母甲素, 采用超高效液相色谱法 - 蒸发光散射法测定含量, 纯度达到 98.32%。

[0008] 实施例 2

与实施例 1 基本相同, 所不同的只是超声波功率为 120W, 超声频率为 28kHz, 于 45°C 气升式搅拌条件下超声提取 90min, 贝母花提取液在压力为 450 ~ 500Pa 的条件下, 减压浓缩 90min, 最后得到白色的贝母甲素 1.68 克。

[0009] 实施例 3

与实施例 1 基本相同, 所不同的只是超声波功率为 140W, 超声频率为 29kHz, 于 35°C 气升式搅拌条件下超声提取 100min, 贝母花提取液在压力为 450 ~ 500Pa 的条件下, 减压浓缩 100min, 最后得到白色的贝母甲素 1.72 克。