



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 109503346 B

(45) 授权公告日 2020.12.25

(21) 申请号 201811616178.3

C07C 49/255 (2006.01)

(22) 申请日 2018.12.27

(56) 对比文件

(65) 同一申请的已公布的文献号

CN 1994997 A, 2007.07.11

申请公布号 CN 109503346 A

CN 1651383 A, 2005.08.10

CN 107151202 A, 2017.09.12

(43) 申请公布日 2019.03.22

于海等. 柱层析纯化 6-姜酚的工艺研究. 《湖北农业科学》. 2017, 第56卷(第19期), 第2.1节及表1.

(73) 专利权人 中国科学院地球化学研究所

地址 550081 贵州省贵阳市观山湖区林城西路99号

于海等. 柱层析纯化 6-姜酚的工艺研究. 《湖北农业科学》. 2017, 第56卷(第19期), 第2.1节及表1.

(72) 发明人 余德顺 陈可可 马龙利 叶菲菲

李岗 范文垒 雷登凤

审查员 张保集

(74) 专利代理机构 北京超凡志成知识产权代理事务所(普通合伙) 11371

代理人 郭斌莉

(51) Int. Cl.

C07C 45/81 (2006.01)

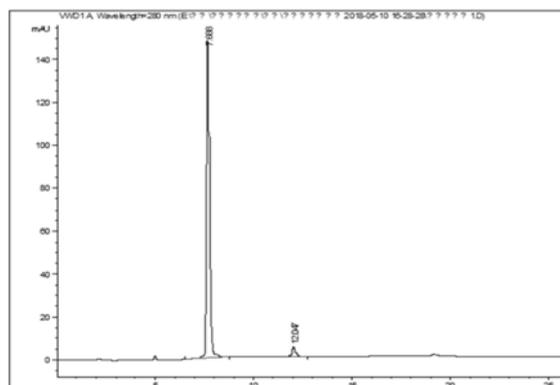
权利要求书1页 说明书7页 附图2页

(54) 发明名称

一种6-姜酚的溶解液、重结晶方法及精制纯化方法

(57) 摘要

一种6-姜酚的溶解液、重结晶方法及精制纯化方法, 涉及药物加工领域。精制纯化方法采用将主要包括6-姜酚、8-姜酚和10-姜酚的6-姜酚粗品(6-姜酚质量分数在75%~90%)溶解于上述溶解液, 经重结晶方法重结晶后精制即得, 重结晶过程6-姜酚收率可达84%以上, 重结晶得到的6-姜酚结晶中, 6-姜酚质量分数提高至92%~95%之间, 经精制后, 6-姜酚的含量在可以达到98%以上, 同时6-姜酚收率可达68%以上, 有效提高6-姜酚的纯度以及收率, 同时便于操控。



1. 一种6-姜酚的重结晶方法,其特征在于,包括:

将主要包括6-姜酚、8-姜酚和10-姜酚的6-姜酚粗品在30~35℃的条件下超声溶解于第一溶解液中,除去所述6-姜酚粗品中不溶于所述第一溶解液的杂质,重结晶;

其中,所述第一溶解液选自石油醚与乙酸乙酯的混合液、正己烷与乙酸乙酯的混合液中的一种或两种;

所述第一溶解液的密度大于等于0.700g/ml;

所述重结晶采用降温和/或浓缩体积的方式;所述降温的方式包括:降温至-30~-34℃时静置至少1h。

2. 根据权利要求1所述的6-姜酚的重结晶方法,其特征在于,

所述第一溶解液的密度为0.700-0.730g/ml。

3. 根据权利要求1所述的6-姜酚的重结晶方法,其特征在于,

所述第一溶解液的密度为0.700-0.720g/ml。

4. 根据权利要求1所述的6-姜酚的重结晶方法,其特征在于,

所述第一溶解液的密度为0.701-0.715g/ml。

5. 根据权利要求1所述的6-姜酚的重结晶方法,其特征在于,所述6-姜酚粗品包括:经过柱层析或者高速逆流色谱提纯后得到的6-姜酚产物。

6. 根据权利要求1所述的6-姜酚的重结晶方法,其特征在于,所述6-姜酚粗品中6-姜酚的含量为50-90%。

7. 根据权利要求1所述的6-姜酚的重结晶方法,其特征在于,所述6-姜酚粗品中6-姜酚的含量为70-90%。

8. 根据权利要求1所述的6-姜酚的重结晶方法,其特征在于,所述6-姜酚粗品中6-姜酚的含量为75-90%。

9. 根据权利要求1-8任意一项所述的6-姜酚的重结晶方法,其特征在于,将溶解于第一溶解液中重结晶制得的6-姜酚结晶精制至少一次,所述精制包括:

将所述6-姜酚结晶溶解于第二溶解液中重结晶,所述第二溶解液的极性小于所述第一溶解液的极性。

10. 根据权利要求9所述的6-姜酚的重结晶方法,其特征在于,所述第二溶解液为正己烷。

11. 根据权利要求9所述的6-姜酚的重结晶方法,其特征在于,将所述6-姜酚结晶溶解于第二溶解液中,采用降温和/或浓缩体积的方式,使所述6-姜酚重结晶。

12. 根据权利要求11所述的6-姜酚的重结晶方法,其特征在于,所述降温的方式包括:降温至0-4℃时静置至少8h。

一种6-姜酚的溶解液、重结晶方法及精制纯化方法

技术领域

[0001] 本发明涉及药物加工领域,且特别涉及一种6-姜酚的溶解液、重结晶方法及精制纯化方法。

背景技术

[0002] 6-姜酚是姜中姜辣素的主要成分,具有多种生物活性,如抗氧化、抗诱变、抗炎、抗风湿、抗肿瘤、驱寒、保肝利胆等作用。6-姜酚还可用于生产治疗心脑血管疾病、风湿性关节炎、胃溃疡等疾病的药物和保健食品。

[0003] 目前6-姜酚的初提取有溶剂浸提法,超临界CO₂萃取等,进一步的精制纯化可以通过柱层析、高速逆流色谱纯化等方式进行。但现有的精制提纯方式对于高纯度(6-姜酚的含量大于等于98%)6-姜酚样品的制备需求有很大的难度,同时柱层析,色谱分离受限于每次制备量小且将耗费大量的溶剂和时间。并且由于6-姜酚化学性质不稳定,见光受热易分解,且在姜中含量低,导致现有方法6-姜酚的收率也较低。

发明内容

[0004] 本发明实施例提供一种6-姜酚的溶解液,通过6-姜酚的溶解液达到使6-姜酚粗品尽可能多的溶解,便于后续进行纯化,增大6-姜酚的收率。

[0005] 本发明实施例提供一种6-姜酚的重结晶方法,通过重结晶的方式,使6-姜酚粗品中,尽可能多的6-姜酚重结晶,增大6-姜酚的收率,同时增大得到的6-姜酚产品的纯度,且便于操控。

[0006] 本发明实施例提供一种6-姜酚的精制纯化方法,通过充分溶解、重结晶以及精制的方式,进一步提高6-姜酚的收率以及纯度,同时便于操控。

[0007] 本发明解决其技术问题是采用以下技术方案来实现的。

[0008] 本发明提出一种6-姜酚的溶解液,溶解液用于溶解主要包括6-姜酚、8-姜酚和10-姜酚等的6-姜酚粗品,溶解液选自石油醚与乙酸乙酯的混合液、正己烷与乙酸乙酯的混合液中的一种或两种;

[0009] 溶解液的密度大于等于0.700g/ml。

[0010] 根据本发明第一方面实施例的6-姜酚的溶解液,利用6-姜酚、8-姜酚、10-姜酚等的极性差异,以至在溶液中的溶解度的不同,因此溶解液选自密度大于等于0.700g/ml的石油醚与乙酸乙酯的混合液、正己烷与乙酸乙酯的混合液中的一种或两种时,6-姜酚粗品中的6-姜酚开始溶出,并且6-姜酚溶解度大,使6-姜酚粗品中的6-姜酚尽可能多的溶解,防止6-姜酚的浪费,同时降低8-姜酚和10-姜酚等的干扰,便于后期进行进一步的纯化。

[0011] 其中,溶解液选自石油醚与乙酸乙酯的混合液、正己烷与乙酸乙酯的混合液中的一种或两种是指,溶解液为石油醚与乙酸乙酯的混合液,或溶解液为正己烷与乙酸乙酯的混合液,或溶解液为石油醚、正己烷与乙酸乙酯的混合液。

[0012] 需要说明的是,溶解液中各组分的配比不进行限定,只要达到溶解液的密度大于

等于0.700g/ml即可。

[0013] 其中,主要包括6-姜酚、8-姜酚和10-姜酚等的6-姜酚粗品,是指6-姜酚粗品中,除了含有6-姜酚、8-姜酚和10-姜酚三种成分,还可以含有其它少量的杂质,例如6-姜醇等。

[0014] 可选地,本发明第一方面实施例的6-姜酚的溶解液,其溶解的6-姜酚粗品可以是指经柱层析或者高速逆流色谱纯化后的6-姜酚产品,也可以为溶剂浸提法,超临界CO₂萃取等初提取后的6-姜酚产品,在此不做限定。

[0015] 结合第一方面,本发明提供的一些实施例中,溶解液的密度为0.700-0.730g/ml。

[0016] 可选地,溶解液的密度为0.700-0.720g/ml。

[0017] 可选地,溶解液的密度为0.701-0.715g/ml。

[0018] 通过溶解液的密度的限定,确定更佳的溶解效率,使尽可能多的6-姜酚溶解于溶解液中,同时降低8-姜酚和10-姜酚等的干扰,进一步提高溶解的6-姜酚的纯度。

[0019] 根据发明第二方面实施例提供的一种6-姜酚的重结晶方法,其包括:

[0020] 将主要包括6-姜酚、8-姜酚和10-姜酚的6-姜酚粗品溶解于第一溶解液中重结晶。

[0021] 其中,第一溶解液选自石油醚与乙酸乙酯的混合液、正己烷与乙酸乙酯的混合液中的一种或两种。

[0022] 第一溶解液的密度大于等于0.700g/ml。

[0023] 根据本发明第二方面实施例的6-姜酚的重结晶方法,利用6-姜酚、8-姜酚、10-姜酚的极性差异,以至在溶液中的溶解度不同,并且第一溶解液选自密度大于等于0.700g/ml的石油醚与乙酸乙酯的混合液、正己烷与乙酸乙酯的混合液中的一种或两种时,6-姜酚粗品中的6-姜酚开始溶出且溶解度大,使6-姜酚粗品中的6-姜酚尽可能多的溶解并重结晶,尽可能降低得到的6-姜酚结晶中的杂质,降低8-姜酚和10-姜酚等的干扰,增大6-姜酚的收率,同时增大得到的6-姜酚产品的纯度,且便于操控。

[0024] 也即是根据发明第二方面实施例的6-姜酚的重结晶方法,包括根据发明第一方面实施例提供的6-姜酚的溶解液,并将其作为用于溶解6-姜酚粗品的第一溶解液。

[0025] 也即是,可选地,第一溶解液的密度为0.700-0.730g/ml。

[0026] 可选地,第一溶解液的密度为0.700-0.720g/ml。

[0027] 可选地,第一溶解液的密度为0.701-0.715g/ml。

[0028] 通过第一溶解液的密度的限定,确定更佳的溶解效率,使尽可能多的6-姜酚溶解于第一溶解液中,同时降低8-姜酚和10-姜酚等的干扰,进一步提高溶解的6-姜酚的纯度。

[0029] 结合第二方面,本发明提供的一些实施例中,将6-姜酚粗品溶解于第一溶解液之后与重结晶之前,还包括除去6-姜酚粗品中不溶于第一溶解液的杂质。

[0030] 除杂的方式例如采用过滤、抽滤等方式进行固液分离,去除不溶于第一溶解液的杂质,防止将杂质进一步带入重结晶的晶体中,本领域人员可根据实际的需求结合常规技术手段进行处理。需注意的是,为了保证除杂的过程中,对于结晶6-姜酚不会误操作,可选地,除杂过程中,溶解有6-姜酚粗品的第一溶解液的温度保持不变或变化很小,此处的温度变化很小是指相比于在溶解过程中的第一溶解液的温度,温度变化在4℃以内。

[0031] 结合第二方面,本发明提供的一些实施例中,重结晶采用降温和/或浓缩体积的方式。

[0032] 例如,采用降温和浓缩体积结合的方式包括:将6-姜酚粗品溶解于第一溶解液中,

减压条件下浓缩,留到一定重结晶体积后,降温,析出结晶,其中,浓缩选择在减压条件下进行,便于工业化生产。本领域技术人员可根据实际的情况,进行降温和/或浓缩体积的具体方式以及具体重结晶方式的选择。

[0033] 可选地,降温的方式包括:降温至 $-30\sim-34^{\circ}\text{C}$ 时静置至少1h。可选地,降温的方式包括:降温至 $-30\sim-34^{\circ}\text{C}$ 时静置1-4h,例如静置1.5h、2h、3h、或4h等。

[0034] 在上述降温方式下,在结晶温度在 $-30\sim-34^{\circ}\text{C}$,经第一溶解液溶解的6-姜酚的溶解度极低,产品呈白色结晶物析出,白色结晶物中6-姜酚含量和产率均保持在最佳范围内。

[0035] 可选地,将6-姜酚粗品溶解于第一溶解液中,其中第一溶解液与6-姜酚粗品的添加量比值为: $V(\text{ml}):m(\text{g})=25-50:1$,即25-50mL第一溶解液对应1g的6-姜酚粗品。进一步可选地,第一溶解液与6-姜酚粗品的添加量比值为: $V(\text{ml}):m(\text{g})=28-40:1$,例如 $V(\text{ml}):m(\text{g})=29、30、33、35、38$ 或 $40:1$ 等。

[0036] 结合第二方面,本发明提供的一些实施例中,将6-姜酚粗品在 $30\sim35^{\circ}\text{C}$ 的条件下超声溶解于第一溶解液中。其中,采用温度 $30\sim35^{\circ}\text{C}$ 以及超声助溶,该范围内,配合第一溶解液,可以使6-姜酚粗品中的6-姜酚几乎全部溶出,残留物中6-姜酚的含量最低,尽可能提高重结晶6-姜酚的收率以及质量。

[0037] 结合第二方面,本发明提供的一些实施例中,6-姜酚粗品包括经柱层析或者高速逆流色谱纯化后的6-姜酚产物,其有效除去大部分的杂质,采用重结晶进一步纯化的效果佳。

[0038] 上述得到的6-姜酚粗品纯化度较高,主要包括6-姜酚、8-姜酚和10-姜酚,便于进一步进行精细化的分离纯化,同时,可以避免6-姜酚的初提取中杂质的干扰。

[0039] 可选地,6-姜酚粗品中6-姜酚的含量为50-90%。

[0040] 可选地,6-姜酚粗品中6-姜酚的含量为70-90%。

[0041] 可选地,6-姜酚粗品中6-姜酚的含量为75-90%。

[0042] 已经采用常规的柱层析或者高速逆流色谱纯化后得到的6-姜酚,在上述范围内,采用常规的柱层析或者高速逆流色谱进行进一步的纯化,其得到的效果一般,并且进行进一步提纯的难度非常大,而本发明提供的重结晶的方法,相比于进一步采用常规的柱层析或者高速逆流色谱提纯,一方面操作方便,另一方面可以有效提高6-姜酚的收率以及纯净度。

[0043] 综上,采用6-姜酚的重结晶方法,可以使经柱层析的到的6-姜酚粗品(6-姜酚质量分数在75%~90%)经过姜酚的重结晶方法纯化后,可以使制得的6-姜酚结晶中,6-姜酚质量分数提高至92%~95%之间。重结晶过程6-姜酚收率可达84%以上。

[0044] 根据发明第三方面实施例的6-姜酚的精制纯化方法,其包括:

[0045] 将根据发明第二方面实施例提供的6-姜酚的重结晶方法制得的6-姜酚结晶精制至少一次,精制包括:

[0046] 将6-姜酚结晶溶解于第二溶解液中重结晶,第二溶解液的极性小于第一溶解液的极性。

[0047] 根据发明实施例提供的6-姜酚的精制纯化方法,利用6-姜酚的重结晶方法制得的6-姜酚结晶,将6-姜酚结晶尽可能多的溶解于第二溶解液中并再次进行重结晶,尽可能降低得到的6-姜酚结晶中的杂质,提高纯化的效率、效果,进一步优化获得的6-姜酚的收率以

及质量。同时,第二溶解液的极性小于第一溶解液的极性,可以有效将6-姜酚结晶饱和溶解于第二溶解液中,提高重结晶精制的效率。

[0048] 其中,可选地,精制的次数为1-5次,例如2、3、4或5次等,通过重复的精制,进一步提高纯化的效果以及收率。

[0049] 可选地,将6-姜酚结晶溶解于第二溶解液中,可以采用超声和加热的方式中的至少一种进行助溶。

[0050] 具体地,例如将6-姜酚结晶在30~35℃的条件下超声溶解于第二溶解液中。其中,采用温度30~35℃以及超声助溶,该范围内,可以使6-姜酚结晶中的6-姜酚几乎全部溶出,残留物中6-姜酚的含量最低,尽可能提高6-姜酚的收率以及质量。

[0051] 第二溶解液例如可以为石油醚或正己烷中的至少一种,除此以外,本领域人员还可以采用其它的满足对-姜酚结晶具有溶解性,同时极性小于第一溶解液的溶液。

[0052] 结合第三方面,本发明提供的一些实施例中,第二溶解液为正己烷。

[0053] 正己烷相对于乙酸乙酯的极性要小很多,正己烷极性参数0.0,乙酸乙酯4.4,同时正己烷极性参数小于石油醚,因此此时的第二溶解液可以将主要目标产物6-姜酚饱和溶解。

[0054] 结合第三方面,本发明提供的一些实施例中,将6-姜酚结晶溶解于第二溶解液中,采用降温 and/或浓缩体积的方式,使6-姜酚重结晶。

[0055] 例如,采用降温和浓缩体积结合的方式包括:将6-姜酚结晶溶解于第二溶解液中,减压条件下浓缩,降温,进一步析出结晶,其中,浓缩选择在减压条件下进行,便于工业化生产。本领域技术人员可根据实际的情况,进行降温和/或浓缩体积的具体方式以及具体重结晶方式的选择。

[0056] 可选地,降温的方式包括:降温至0-4℃时静置至少8h,该条件下,由于6-姜酚的极性大于8-姜酚、10-姜酚,因此6-姜酚首先大量的从正己烷中析出。

[0057] 综上,对经6-姜酚的精制纯化方法回收的回收产物,经高效液相色谱(HPLC)梯度洗脱条件下检测,6-姜酚的含量在可以达到98%以上,同时6-姜酚收率可达68%以上。

[0058] 需说明的是,超声过程的不溶物和结晶溶剂烘干的产物集中收集可以继续重复重结晶。

[0059] 发明的附加方面和优点将在下面的描述中部分给出,部分将从下面的描述中变得明显,或通过发明的实践了解到。

附图说明

[0060] 为了更清楚地说明本发明实施例的技术方案,下面将对实施例中所需要使用的附图作简单地介绍,应当理解,以下附图仅示出了本发明的某些实施例,因此不应被看作是对范围的限定,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其它相关的附图。

[0061] 图1为本发明实施例3提供的6-姜酚粗品的HPLC色谱图;

[0062] 图2为本发明实施例3提供的6-姜酚结晶的HPLC色谱图;

[0063] 图3为本发明实施例4提供的6-姜酚产物的HPLC色谱图。

具体实施方式

[0064] 为使本发明实施例的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述。实施例中未注明具体条件者,按照常规条件或制造商建议的条件进行。所用试剂或仪器未注明生产厂商者,均为可以通过市售购买获得的常规产品。

[0065] 现有的高纯度6-姜酚一般由实验室制备,无法实现规模化生产,而采用本发明提供的6-姜酚纯化方法,预期可以改变这一现状。

[0066] 极性:在化学中,极性是指一根共价键或一个共价分子中电荷分布的不均匀性,如果电荷分布不均匀,则称该键或分子为极性,如果均匀,则称为非极性。

[0067] 以下结合实施例对本发明的特征和性能作进一步的详细描述。

[0068] 本实施例提供的经高效液相色谱(HPLC)梯度洗脱条件下检测方法包括如下步骤:

[0069] 色谱柱:Diamonsil C18 5 μ m4.6 \times 250mm;流动相:乙腈(A)~水(B)。程序梯度变化(体积比):0min,55%A;0~6min,65%A~80%A;30~35min,80%A~90%A,35~40min,90%A~55%A。柱温:30 $^{\circ}$ C;流速1.0mL/min;波长:280nm;进样量:10 μ L。

[0070] 实施例1

[0071] 一种6-姜酚的溶解液,溶解液为正己烷、石油醚与乙酸乙酯的混合液;溶解液的密度为0.706 \pm 0.03g/ml。

[0072] 实施例2

[0073] 一种6-姜酚的溶解液,溶解液为正己烷与乙酸乙酯的混合液;溶解液的密度为0.707 \pm 0.03g/ml。

[0074] 实施例3

[0075] 一种6-姜酚的重结晶方法,其包括:

[0076] 将柱层析分离后得到产物6-姜酚粗品,在33 $^{\circ}$ C的条件下超声溶解于第一溶解液中,趁热将得到的超声溶解液经过滤后去除底部黄色不溶物。

[0077] 降温至-32 $^{\circ}$ C时静置2h,去除上层清液,分离进行重结晶,

[0078] 其中,第一溶解液与6-姜酚粗品的添加量比值为:v/m=30,第一溶解液为石油醚、正己烷与乙酸乙酯的混合液,第一溶解液的密度为0.705 \pm 0.03g/ml。

[0079] 其中,图1为本实施例采用的经柱层析分离后得到产物,也即是6-姜酚粗品的HPLC色谱图,横坐标为时间,纵坐标为吸光度值。根据图1,可以明显看出,6-姜酚粗品主要包括6-姜酚、8-姜酚和10-姜酚,同时还包括部分其它杂质,根据图1所示的峰面积,6-姜酚含量为767.51mg/g。

[0080] 图2为经本实施例6-姜酚的重结晶方法处理后的6-姜酚结晶的HPLC色谱图。根据图1,可以明显看出,6-姜酚结晶中,其它杂质显著降低,同时8-姜酚和10-姜酚的含量也降低,此时的6-姜酚含量为891.33mg/g。

[0081] 根据图1以及图2的对比,6-姜酚收率为84.73%。

[0082] 实施例4

[0083] 一种6-姜酚的精制纯化方法,其包括:

[0084] 将由实施例2制得的6-姜酚结晶精制3次,精制包括:

[0085] 将6-姜酚结晶在33 $^{\circ}$ C的条件下超声溶解于正己烷,降温至0 $^{\circ}$ C时静置12h。

[0086] 图3为经本实施例6-姜酚的精制纯化方法处理后的6-姜酚产物的HPLC色谱图。根据图3,6-姜酚的含量在982.16mg/g。根据图2以及图3的比对,重结晶精制后,6-姜酚收率68.37%。

[0087] 实施例5

[0088] 一种6-姜酚的重结晶方法,其包括:

[0089] 将柱层析分离后得到产物6-姜酚粗品,在35℃的条件下超声溶解于第一溶解液中,趁热将得到的超声溶解液经过滤后去除底部黄色不溶物,降温至-33℃时静置3h,去除上层清液,分离进行重结晶。6-姜酚粗品的6-姜酚含量为90%。

[0090] 其中,第一溶解液为正己烷与乙酸乙酯的混合液;溶解液的密度为 $0.702 \pm 0.01 \text{g/ml}$ 。第一溶解液与6-姜酚粗品的添加量比值为: $v/m=32$ 。

[0091] 采用本实施例提供的高效液相色谱 (HPLC) 梯度洗脱条件下检测,本实施例得到的6-姜酚结晶中,6-姜酚含量958.48mg/g,重结晶过程6-姜酚收率为87.92%。

[0092] 实施例6

[0093] 一种6-姜酚的精制纯化方法,其包括:

[0094] 将由实施例5制得的6-姜酚结晶精制3次,精制包括:

[0095] 将6-姜酚结晶在32℃的条件下超声溶解于正己烷,降温至0℃时静置10h。

[0096] 采用本实施例提供的高效液相色谱 (HPLC) 梯度洗脱条件下检测,本实施例得到的6-姜酚产品中6-姜酚含量为985.13mg/g,6-姜酚收率为70.85%。

[0097] 实施例7

[0098] 一种6-姜酚的重结晶方法,其包括:

[0099] 将柱层析分离后得到产物6-姜酚粗品,在33℃的条件下超声溶解于第一溶解液中,趁热将得到的超声溶解液经过滤后去除底部黄色不溶物,降温至-34℃时静置2h,去除上层清液,分离进行重结晶。6-姜酚粗品的6-姜酚含量为80%。

[0100] 其中,第一溶解液为正己烷与乙酸乙酯的混合液;溶解液的密度为 0.705g/ml 。第一溶解液与6-姜酚粗品的添加量比值为: $v/m=30$ 。

[0101] 采用本实施例提供的高效液相色谱 (HPLC) 梯度洗脱条件下检测,本实施例得到的6-姜酚结晶的6-姜酚质量分数为922.55mg/g,重复多次,重结晶过程6-姜酚收率可在84%以上。

[0102] 实施例8

[0103] 一种6-姜酚的精制纯化方法,其包括:

[0104] 将由实施例5制得的6-姜酚结晶精制3次,精制包括:

[0105] 将6-姜酚结晶在33℃的条件下超声溶解于正己烷,降温至0℃时静置12h。

[0106] 采用本实施例提供的高效液相色谱 (HPLC) 梯度洗脱条件下检测,本实施例得到的6-姜酚产品中6-姜酚含量为980.14mg/g,6-姜酚收率为69.56%。

[0107] 综上,本发明实施例提供的6-姜酚的溶解液可以使6-姜酚充分溶解,6-姜酚的重结晶方法可以使6-姜酚粗品(6-姜酚质量分数在75%~90%)经过重结晶纯化制得6-姜酚结晶,经高效液相色谱 (HPLC) 梯度洗脱条件下检测,6-姜酚质量分数提高至92%~95%之间,重结晶过程6-姜酚收率可达84%以上。6-姜酚结晶再次或多次重结晶精制纯化,经高效液相色谱 (HPLC) 梯度洗脱条件下检测,6-姜酚的含量在可以达到98%以上,同时6-姜酚收

率可达68%以上。

[0108] 综上,本发明实施例的提供的6-姜酚的溶解液,通过6-姜酚的溶解液达到使6-姜酚粗品尽可能多的溶解,便于后续进行纯化,增大6-姜酚的收率。6-姜酚的重结晶方法,通过重结晶的方式,使得充分溶解的使6-姜酚粗品中,尽可能多的6-姜酚重结晶,增大6-姜酚的收率,同时增大得到的6-姜酚产品的纯度,且便于操控。6-姜酚的重结晶方法,通过充分溶解、重结晶以及精制的方式,进一步提高6-姜酚的收率以及纯度,同时便于操控。

[0109] 以上所描述的实施例是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。本发明的实施例的详细描述并非旨在限制要求保护的本发明的范围,而是仅仅表示本发明的选定实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有作出创造性劳动前提下所获得的所有其它实施例,都属于本发明保护的范围。

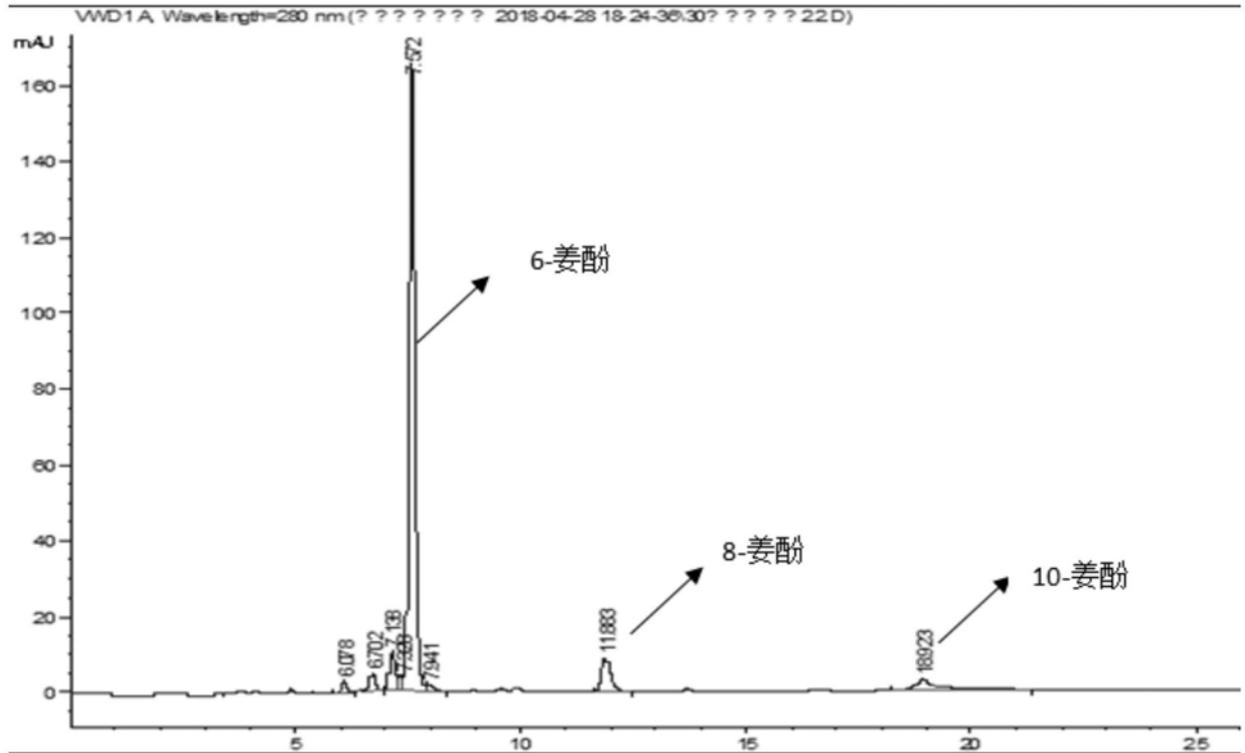


图1

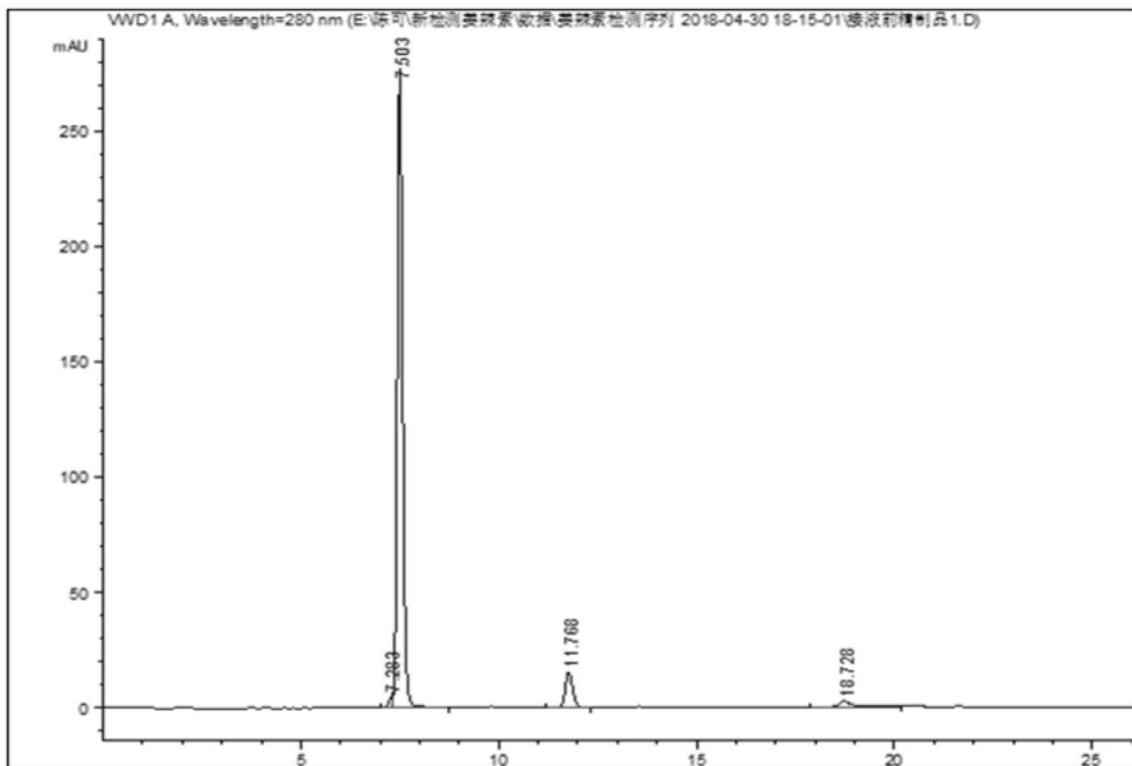


图2

