



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 105878323 A

(43)申请公布日 2016.08.24

(21)申请号 201610431892.X

(22)申请日 2016.06.17

(71)申请人 湖南文理学院

地址 415000 湖南省常德市武陵区洞庭大道170号

(72)发明人 邓爱华 谢鹏 王云 谭小文
罗娟

(74)专利代理机构 上海诺衣知识产权代理事务所(普通合伙) 31298

代理人 刘红祥

(51)Int.Cl.

A61K 36/28(2006.01)

C07C 69/732(2006.01)

C07C 67/48(2006.01)

A61K 31/216(2006.01)

权利要求书1页 说明书2页

(54)发明名称

一种超声辅助超临界萃取精馏纯化朝鲜蓟中洋蓟素的方法

(57)摘要

本发明提供一种超声辅助超临界萃取精馏纯化朝鲜蓟中洋蓟素的方法,包括如下步骤:(1)将朝鲜蓟新鲜叶片干燥、粉碎,然后用乙醇水溶液浸泡,再装入超声萃取釜内;(2)向超声萃取釜中通入超临界CO₂,在一定的压力和温度下浸泡;(3)开启超声装置,超临界CO₂和共溶剂95%乙醇混合循环萃取,萃取后的超临界溶液进入精馏塔分离;(4)从精馏塔收集样品,经冻干得红棕色粉末,其洋蓟素含量可达到8.0%以上。本发明使用超声辅助强化提取过程,可提高萃取效率,同时超临界CO₂萃取与精馏联用,在萃取的同时将产物按其性质和沸程进行分离,可大大提高提取物中洋蓟素的含量。

1.一种超声辅助超临界萃取精馏纯化朝鲜蓟中洋蓟素的方法,其特征在于,包括如下步骤:

(1)朝鲜蓟新鲜叶片采收后去掉病叶、黄叶,漂洗除去泥土等杂质后低温干燥,放入粉碎设备中粉碎,过50~60目筛,制得朝鲜蓟叶粗粉;

(2)将制得的朝鲜蓟叶粗粉用75%~95%乙醇溶液浸泡,料液比为1:1~ 1:10,常温下浸泡3~8小时;

(3)将浸泡后的朝鲜蓟叶粗粉投入超声萃取釜内,进行CO₂超临界萃取;萃取釜温度为35~65℃、萃取釜压力为10~30MPa、CO₂流量为10~50L/h,超声辅助功率为200~800W,夹带剂为95%乙醇溶液,萃取时间为0.5~3h;萃取物直接通入到精馏塔中进行精馏,精馏塔中压力为8~15Mpa,精馏塔内从上到下四个区域的温度分别为45℃、60℃、75℃、85℃;

(4)精馏结束后收集精馏塔内最上层区域的馏分,冷冻干燥,得到洋蓟素干粉,经检测,其中洋蓟素含量不低于8.0%。

一种超声辅助超临界萃取精馏纯化朝鲜蓟中洋蓟素的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及朝鲜蓟中洋蓟素的萃取及纯化方法,具体涉及一种超声辅助超临界萃取精馏纯化朝鲜蓟中洋蓟素的方法。

背景技术

[0002] 朝鲜蓟叶内含丰富的酚酸类物质如洋蓟素(1,5-二咖啡酰奎宁酸)、绿原酸、1,3-二咖啡酰奎宁酸等。其具有保肝、护肝,治疗消化不良等的功效。因此对朝鲜蓟叶的开发利用可以提高朝鲜蓟产品的附加值,同时可以为医药保健领域提供一种新的原料。目前国际市场上的朝鲜蓟叶提取物一般要求洋蓟素含量高于2.5%。

[0003] 目前的超临界 CO₂流体萃取方法在萃取及精馏纯化朝鲜蓟叶中洋蓟素时存在以下问题:1、萃取能力低,效率不高;2、萃取系统的温度高,对热敏感的洋蓟素会遭到破坏;3、萃取提纯的洋蓟素品质不高。

发明内容

[0004] 为解决上述问题,本发明目的在于提供一种超声辅助超临界萃取精馏纯化朝鲜蓟中洋蓟素的方法。

[0005] 本发明的目的通过以下技术方案实现:

一种超声辅助超临界萃取精馏纯化朝鲜蓟中洋蓟素的方法,包括如下步骤:

(1)朝鲜蓟新鲜叶片采收后去掉病叶、黄叶,漂洗除去泥土等杂质后低温干燥,放入粉碎设备中粉碎,过50~60目筛,制得朝鲜蓟叶粗粉;

(2)将制得的朝鲜蓟叶粗粉用75%~95%乙醇溶液浸泡,料液比为1:1~ 1:10,常温下浸泡3~8小时;

(3)将浸泡后的朝鲜蓟叶粗粉投入超声萃取釜内,进行CO₂超临界萃取;萃取釜温度为35~65℃、萃取釜压力为10~30MPa、CO₂流量为10~50L/h,超声辅助功率为200~800W,夹带剂为95%乙醇溶液,萃取时间为0.5~3h;萃取物直接通入到精馏塔中进行精馏,精馏塔中压力为8~15Mpa,精馏塔内从上到下四个区域的温度分别为45℃、60℃、75℃、85℃;

(4)精馏结束后收集精馏塔内最上层区域的馏分,冷冻干燥,得到洋蓟素干粉,经检测,其中洋蓟素含量不低于8.0%。

[0006] 与现有技术相比,本发明的有益效果是:本发明的一种朝鲜蓟中洋蓟素制备方法,在超临界CO₂萃取的基础上使用超声辅助强化,并且与精馏技术联用,增加了超临界CO₂流体的萃取能力,并降低了萃取系统的温度从而使对热敏感的洋蓟素能最大程度保留。此外,本发明还降低了萃取系统的压力、夹带剂用量以及萃取所需时间,大大提高了萃取效率。超临界CO₂萃取与精馏联用,在萃取的同时将产物按其性质和沸程分成若干不同的产品,可有效保证和提高洋蓟素的含量。同时在整个过程中,无污染物排除,无化学残留,纯天然、无毒害,安全、绿色、环保。

具体实施方式

[0007] 下面的实施例可更详细地说明本发明,但不以任何形式限制本发明。

[0008] 实施例1:

(1)朝鲜蓟新鲜叶片采收后去掉病叶、黄叶,漂洗除去泥土等杂质后低温干燥,放入粉碎设备中粉碎,过50目筛,制得朝鲜蓟叶粗粉;

(2)将制得的朝鲜蓟叶粗粉用75%乙醇溶液浸泡,料液比为1:1,常温下浸泡3小时;

(3)将浸泡后的朝鲜蓟叶粗粉投入超声萃取釜内,进行CO₂超临界萃取;萃取釜温度为35℃、萃取釜压力为10MPa、CO₂流量为10L/h,超声辅助功率为200W,夹带剂为95%乙醇溶液,萃取时间为0.5h;萃取物直接通入到精馏塔中进行精馏,精馏塔中压力为8Mpa,精馏塔内从上到下四个区域的温度分别为45℃、60℃、75℃、85℃;

(4)精馏结束后收集精馏塔内最上层区域的馏分,冷冻干燥,得到洋蓟素干粉,经检测,其中洋蓟素含量为8.3%。

[0009] 实施例2:

(1)朝鲜蓟新鲜叶片采收后去掉病叶、黄叶,漂洗除去泥土等杂质后低温干燥,放入粉碎设备中粉碎,过55目筛,制得朝鲜蓟叶粗粉;

(2)将制得的朝鲜蓟叶粗粉用85%乙醇溶液浸泡,料液比为1:5,常温下浸泡6小时;

(3)将浸泡后的朝鲜蓟叶粗粉投入超声萃取釜内,进行CO₂超临界萃取;萃取釜温度为50℃、萃取釜压力为20MPa、CO₂流量为30L/h,超声辅助功率为600W,夹带剂为95%乙醇溶液,萃取时间为2h;萃取物直接通入到精馏塔中进行精馏,精馏塔中压力为12Mpa,精馏塔内从上到下四个区域的温度分别为45℃、60℃、75℃、85℃;

(4)精馏结束后收集精馏塔内最上层区域的馏分,冷冻干燥,得到洋蓟素干粉,经检测,其中洋蓟素含量为9.3%。

[0010] 实施例3:

(1)朝鲜蓟新鲜叶片采收后去掉病叶、黄叶,漂洗除去泥土等杂质后低温干燥,放入粉碎设备中粉碎,过60目筛,制得朝鲜蓟叶粗粉;

(2)将制得的朝鲜蓟叶粗粉用95%乙醇溶液浸泡,料液比为1:10,常温下浸泡8小时;

(3)将浸泡后的朝鲜蓟叶粗粉投入超声萃取釜内,进行CO₂超临界萃取;萃取釜温度为65℃、萃取釜压力为30MPa、CO₂流量为50L/h,超声辅助功率为800W,夹带剂为95%乙醇溶液,萃取时间为3h;萃取物直接通入到精馏塔中进行精馏,精馏塔中压力为15Mpa,精馏塔内从上到下四个区域的温度分别为45℃、60℃、75℃、85℃;

(4)精馏结束后收集精馏塔内最上层区域的馏分,冷冻干燥,得到洋蓟素干粉,经检测,其中洋蓟素含量为10.3%

以上所述,仅为本发明较佳的具体实施方式,但本发明的保护范围并不局限于此,任何熟悉本技术领域的技术人员在本发明披露的技术范围内,根据本发明的技术方案及其发明构思加以等同替换或改变,都应涵盖在本发明的保护范围之内。