



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110105459 A

(43)申请公布日 2019.08.09

(21)申请号 201910443332.X

(22)申请日 2019.05.27

(71)申请人 云南绿戎生物产业开发股份有限公司

地址 650224 云南省昆明市北京路延长线
住佳商宇4幢10楼

(72)发明人 陈穗云 李承玄 闫春丽 张志鹏
汪家乐 李秀军

(74)专利代理机构 昆明盈正知识产权代理事务
所(特殊普通合伙) 53208

代理人 李岩

(51)Int.Cl.

C08B 37/00(2006.01)

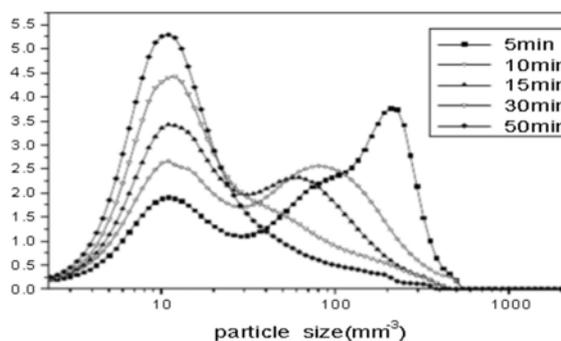
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

一种三七多糖的提取方法

(57)摘要

本发明涉及药物制备技术领域,具体涉及一种三七多糖的提取方法。该方法包括以下步骤:A)、提取:取三七块状药材,加入乙醇,倒入湿式微粉机中进行粉碎收集滤液;B)、离心:将收集的滤液通过离心机进行分离;C)、真空浓缩,制得提取液;D)、精制:将得到提取液中加入纯化水溶解,然后加入三氟甲磺酸,得到多糖粗提液;E)、层析:将多糖粗提液加入阳离子树脂,用纯化水进行洗涤,并合并制得洗脱液;F)、提纯:G)、浓缩:三七多糖溶液先减压倒入正丁醇中搅拌后静置,分层后制得三七多糖结晶沉淀物;H)、通过真空干燥制得三七多糖。本发明解决有现有提取方法中,三七多糖提取率低和杂质含量高的问题,且能提高产品质量。



1. 一种三七多糖的提取方法,其特征在于:包括以下步骤:

A)、提取:

取三七块状药材,加入70%的乙醇,然后倒入湿式微粉机中进行粉碎,粉碎时间8~30min,然后过滤并收集滤液;

B)、离心:将收集的滤液通过离心机进行分离,并制得离心液;

C)、真空浓缩:将离心液通过自动浓缩器收缩体积,制得提取液,提取液以减压浓缩至波美度8~10°;

D)、精制:将得到提取液中加入纯化水溶解,然后加入混合物质量4~6%的三氟甲磺酸,于90~95℃密闭水解20~30min后,45~65℃下真空回收三氟甲磺酸得到多糖粗提液;

E)、层析:将多糖粗提液加入阳离子树脂,用纯化水进行洗涤,并合并制得洗脱液;

F)、提纯:先将洗脱液倒入氧化铝柱吸附脱色,再置于反应釜中,加入3~5%活性炭粉,混匀后50~60℃下浸泡20min,并用钛棒过滤器精滤后得到三七多糖溶液;

G)、浓缩:三七多糖溶液先减压浓缩至波美度15~20°,倒入正丁醇中搅拌后静置,分层后分离正丁醇层,在减压浓缩至波美度20~25°,制得三七多糖结晶沉淀物;

H)、干燥:在沉淀物中加入纯化水,调整密度,通过真空干燥2~3小时,制得三七多糖。

2. 根据权利要求1所述的三七多糖的提取方法,其特征在于,所述步骤A中,添加的乙醇溶液质量是三七质量的8~12倍。

3. 根据权利要求1所述的三七多糖的提取方法,其特征在于,所述钛棒过滤器的滤芯过滤精度0.25~0.4微米。

4. 根据权利要求1所述的三七多糖的提取方法,其特征在于,所述步骤E中,阳离子树脂与多糖粗提液质量比为3~4:1,用纯化水进行洗涤时,纯化水与阳离子树脂的体积比为9:1,通入纯化水的流速为300~350L/h。

5. 根据权利要求1所述的三七多糖的提取方法,其特征在于,所述步骤H中,在沉淀物中加入纯化水调整密度为1.02~1.15,干燥温度不小于85℃,真空度不小于-0.1mpa。

一种三七多糖的提取方法

技术领域

[0001] 本发明涉及药物制备技术领域,具体涉及一种三七多糖的提取方法。

背景技术

[0002] 三七又名金不换,为五加科植物,以其根部做为药用部分。三七主产于我国云南文山等地,三七多糖是从三七中提取出来的具有多种生物活性且结构复杂的杂多糖或其复合物。大量研究证明,三七多糖具有抗肿瘤、降血糖、抗氧化、增强免疫力等多种功效。目前三七多糖提取方法一般采用溶剂回流法进行提取制备,该方法多存在最终提取物中三七多糖含量偏低,生产周期长,能耗成本增加的问题,而且由于是在高温条件下进行提取,也导致灰分等杂质含量过高,产品质量不稳定。

发明内容

[0003] 本发明针对现有技术的不足,提供一种性能可靠的三七多糖的提取方法,解决有现有提取方法中,三七多糖提取率低和杂质含量高的问题,且能提高产品质量。

[0004] 本发明的技术方案是这样实现的:一种三七多糖的提取方法,包括以下步骤:

[0005] A)、提取:

[0006] 取三七块状药材,加入70%的乙醇,然后倒入湿式微粉机中进行粉碎,粉碎时间8~30min,然后过滤并收集滤液;

[0007] B)、离心:将收集的滤液通过离心机进行分离,并制得离心液;

[0008] C)、真空浓缩:将离心液通过自动浓缩器收缩体积,制得提取液,提取液以减压浓缩至波美度8~10°;

[0009] D)、精制:将得到提取液中加入纯化水溶解,然后加入混合物质量4~6%的三氟甲磺酸,于90~95℃密闭水解20~30min后,45~65℃下真空回收三氟甲磺酸得到多糖粗提液;

[0010] E)、层析:将多糖粗提液加入阳离子树脂,用纯化水进行洗涤,并合并制得洗脱液;

[0011] F)、提纯:先将洗脱液倒入氧化铝柱吸附脱色,再置于反应釜中,加入3~5%活性炭粉,混匀后50~60℃下浸泡20min,并用钛棒过滤器精滤后得到三七多糖溶液;

[0012] G)、浓缩:三七多糖溶液先减压浓缩至波美度15~20°,倒入正丁醇中搅拌后静置,分层后分离正丁醇层,在减压缩至波美度20~25°,制得三七多糖结晶沉淀物;

[0013] H)、干燥:在沉淀物中加入纯化水,调整密度,通过真空干燥2~3小时,制得三七多糖。

[0014] 较优的,所述步骤A中,添加的乙醇溶液质量是三七质量的8~12倍。

[0015] 所述钛棒过滤器的滤芯过滤精度0.25~0.4微米。

[0016] 较优的,所述步骤E中,阳离子树脂与多糖粗提液质量比为3~4:1,用纯化水进行洗涤时,纯化水与阳离子树脂的体积比为9:1,通入纯化水的流速为300~350L/h。

[0017] 较优的,所述步骤H中,在沉淀物中加入纯化水调整密度为1.02~1.15,干燥温度

不小于85℃,真空度不小于-0.1mpa。

[0018] 本发明解决了背景技术中存在的缺陷,具有以下有益效果:

[0019] 本发明解决有现有提取方法中,三七多糖提取率低和杂质含量高的问题,且能提高产品质量。本发明通过将三七用70%乙醇超微粉碎10min后提取,三七多糖含量较高。通过三氟甲磺酸进行多糖分子控制水解反应过程,使得大分子多糖向小分子多糖方向水解转化,比传统酶水解反应更为温和可控,小分子多糖吸收率更高,从而提高多糖的提取率。通过氧化铝柱吸附脱去色素,活性碳粉和阳离子树脂脱去液体中的氨基酸、蛋白质、灰分等杂质,解决了传统方法中所得多糖灰分超标的难题,具有更好的工业操作性。

附图说明

[0020] 图1为超微粉碎不同时间时粒径分布;

具体实施方式

[0021] 对照实施例

[0022] 取1000g三七块状药材,按照传统的采用溶剂回流法制备进行提取,测定其三七多糖含量、重金属含量和灰分含量,制成数据,作为对照实施例。

[0023] 实施例1

[0024] 取三七块状药材1000g,加入30%的乙醇,然后倒入湿式微粉机中进行粉碎,粉碎时间8min,然后过滤并收集滤液,添加的乙醇溶液质量是三七质量的8倍。将收集的滤液通过离心机进行分离,并制得离心液;将离心液通过自动浓缩器收缩体积,制得提取液,提取液以减压浓缩至波美度8~10°;在得到提取液中加入纯化水溶解,然后加入混合物质量4%的三氟甲磺酸,于90℃密闭水解20min后,45~65℃下真空回收三氟甲磺酸得到多糖粗提液;将多糖粗提液加入阳离子树脂,用纯化水进行洗涤,并合并制得洗脱液。阳离子树脂与多糖粗提液质量比为3:1,用纯化水进行洗涤时,纯化水与阳离子树脂的体积比为9:1,通入纯化水的流速为300L/h。先将洗脱液倒入氧化铝柱吸附脱色,再置于反应釜中,加入3%活性炭粉,混匀后50~60℃下浸泡20min,并用钛棒过滤器精滤后得到三七多糖溶液。三七多糖溶液先减压浓缩至波美度15°,倒入正丁醇中搅拌后静置,分层后分离正丁醇层,在减压浓缩至波美度20°,制得三七多糖结晶沉淀物;在沉淀物中加入纯化水,调整密度,通过真空干燥2小时,制得三七多糖,测定其三七多糖含量、重金属含量和灰分含量,制成实施例1的数据。

[0025] 实施例2

[0026] 取三七块状药材1000g,加入70%的乙醇,然后倒入湿式微粉机中进行粉碎,粉碎时间10min,然后过滤并收集滤液,添加的乙醇溶液质量是三七质量的10倍。将收集的滤液通过离心机进行分离,并制得离心液;将离心液通过自动浓缩器收缩体积,制得提取液,提取液以减压浓缩至波美度9°;在得到提取液中加入纯化水溶解,然后加入混合物质量5%的三氟甲磺酸,于90~95℃密闭水解25min后,45~65℃下真空回收三氟甲磺酸得到多糖粗提液;将多糖粗提液加入阳离子树脂,用纯化水进行洗涤,并合并制得洗脱液。阳离子树脂与多糖粗提液质量比为3.5:1,用纯化水进行洗涤时,纯化水与阳离子树脂的体积比为9:1,通入纯化水的流速为320L/h。先将洗脱液倒入氧化铝柱吸附脱色,再置于反应釜中,加入4%

活性炭粉,混匀后50~60℃下浸泡20min,并用钛棒过滤器精滤后得到三七多糖溶液。三七多糖溶液先减压浓缩至波美度18°,倒入正丁醇中搅拌后静置,分层后分离正丁醇层,在减压浓缩至波美度22°,制得三七多糖结晶沉淀物;在沉淀物中加入纯化水,调整密度,通过真空干燥2.5小时,制得三七多糖,测定其三七多糖含量、重金属含量和灰分含量,制成实施例2的数据。

[0027] 实施例3

[0028] 取三七块状药材1000g,加入90%的乙醇,然后倒入湿式微粉机中进行粉碎,粉碎时间30min,然后过滤并收集滤液;添加的乙醇溶液质量是三七质量的12倍。将收集的滤液通过离心机进行分离,并制得离心液;将离心液通过自动浓缩器收缩体积,制得提取液,提取液以减压浓缩至波美度10°;在得到提取液中加入纯化水溶解,然后加入混合物质量6%的三氟甲磺酸,于90~95℃密闭水解30min后,45~65℃下真空回收三氟甲磺酸得到多糖粗提液;将多糖粗提液加入阳离子树脂,用纯化水进行洗涤,并合并制得洗脱液。阳离子树脂与多糖粗提液质量比为4:1,用纯化水进行洗涤时,纯化水与阳离子树脂的体积比为9:1,通入纯化水的流速为350L/h。先将洗脱液倒入氧化铝柱吸附脱色,再置于反应釜中,加入5%活性炭粉,混匀后50~60℃下浸泡20min,并用钛棒过滤器精滤后得到三七多糖溶液。三七多糖溶液先减压浓缩至波美度20°,倒入正丁醇中搅拌后静置,分层后分离正丁醇层,在减压浓缩至波美度25°,制得三七多糖结晶沉淀物;在沉淀物中加入纯化水,调整密度,通过真空干燥3小时,制得三七多糖,测定其三七多糖含量、重金属含量和灰分含量,制成实施例3的数据。

[0029]

处理组	三七取量 g	三七多糖 mg/g	灰分 (%)	铅 mg/kg	总砷 mg/kg
对照例	1000	100.56	8.9	2.42	1.75
实施例 1	1000	180.32	6.5	0.075	0.006
实施例 2	1000	302.39	2.2	0.002	0.005
实施例 3	1000	260.75	4.5	0.005	0.003

[0030] 对比对照例、本发明的实施例1、实施例2和实施例3,可以显而易见得出,本发明提供的方法可以大幅提高三七多糖的提取量。三七用70%乙醇提取15min效率较高,由图1所示,可以看出用超微粉碎10min提取效果较好,大部分三七粒度100μm左右,细胞基本已经破碎,而提取率最高,当超过30min时,由于三七粒径减小,表面能增加,吸附了一部分三七多糖,反而使多糖提取率下降。本发明采用湿式超微粉碎法提取率较普通回流法大幅提高,普通回流法需要2小时,而湿式超微粉碎法只需10分钟,且操作简单,温度可控制,粉碎与提取同步完成。通过三氟甲磺酸进行多糖分子控制水解反应过程,使得大分子多糖向小分子多糖方向水解转化,比传统酶水解反应更为温和可控,小分子多糖吸收率更高,从而提高多糖的提取率。通过氧化铝柱吸附脱去色素,活性炭粉和阳离子树脂脱去液体中的氨基酸、蛋白质、灰分等杂质,解决了传统方法中所的多糖灰分超标的难题,具有更好的工业操作性。

[0031] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精

神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

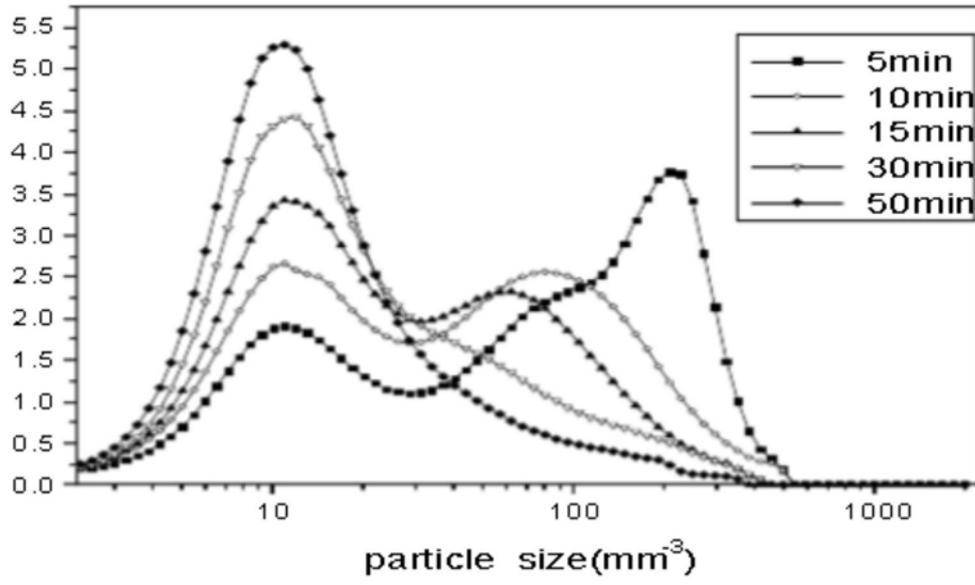


图1