



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105266075 A

(43) 申请公布日 2016.01.27

(21) 申请号 201510693837.3

(22) 申请日 2015.10.24

(71) 申请人 山东好当家海洋发展股份有限公司

地址 264305 山东省威海市荣成市虎山镇好  
当家工业园区虎山街 2027 号

申请人 山东省科学院生物研究所

(72) 发明人 袁文鹏 刘昌衡 孙永军 张绵松

史亚萍 夏雪奎 鞠文明 乔若瑾

胡炜 唐晓波 刘新 贾爱荣

张永刚 齐君

(51) Int. Cl.

A23L 17/20(2016.01)

A23L 33/00(2016.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

一种利用海参漂烫液提取海参皂苷的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种利用海参漂烫液提取海参皂苷的方法。其是将海参漂烫液经减压浓缩、喷雾干燥后利用超临界 CO<sub>2</sub> 流体萃取得到去除油脂的固体粉末,再将固体粉末进行醇提、抽滤浓缩后再复溶于水中,采用离心的方法去除溶液中的磷脂、脑苷脂类等化合物,再将所获得的上清液通过大孔吸附树脂柱吸附层析,利用乙醇溶液洗脱,洗脱液真空冷冻干燥,得到海参皂苷提取物。本发明提高了大孔吸附树脂柱层析吸附效率,延长了树脂柱的使用寿命,该提取方法工艺合理,操作简单,生产成本低,可连续化生产,提高了目的产物的纯度和得率。

1. 一种利用海参漂烫液提取海参皂苷的方法,其特征在于:其经过下列工艺步骤:

(1) 原料的选取与处理

选取海参漂烫液为原料,将其减压浓缩,浓缩至固形物含量为 20 ~ 45%,得浓缩液;

(2) 喷雾干燥

将步骤(1)中得到的浓缩液喷雾干燥,得第一固体粉末;

(3) 脱脂

将步骤(2)中得到的第一固体粉末利用超临界 CO<sub>2</sub>流体萃取,去除油脂,得第二固体粉末;

(4) 醇提

将步骤(3)中得到的第二固体粉末加入其质量 20 ~ 100 倍的乙醇溶液,提取 12 ~ 24h,得提取液;其中,所述的乙醇溶液的浓度为 70 ~ 95%;

(5) 抽滤浓缩

将步骤(4)中得到的提取液进行抽滤,得抽滤液;将滤饼再次利用浓度为 70 ~ 95% 的乙醇溶液提取 12 ~ 24h,得滤饼醇提液;重复此步骤 2 次;合并所有抽滤液和滤饼醇提液,减压浓缩,去除乙醇,得浓缩液;

(6) 水沉

将步骤(5)中得到的浓缩液中加入其体积 100 ~ 300 倍的纯净水进行溶解,依次经卧螺式离心机、碟片式离心机、管式离心机去除沉淀,获取上清液,备用;

(7) 亲和层析

将步骤(6)中获得的上清液通过大孔吸附树脂柱吸附层析,利用浓度为 60 ~ 70% 的乙醇溶液洗脱大孔吸附树脂柱,得洗脱液;

(8) 浓缩干燥

将步骤(7)中得到的洗脱液真空冷冻干燥,得到海参皂苷提取物。

2. 根据权利要求 1 所述的一种利用海参漂烫液提取海参皂苷的方法,其特征在于:所述的海参漂烫液是鲜海参经解剖去肠后,放入沸水中煮 10 ~ 30min,捞出海参后所得液体。

3. 根据权利要求 1 所述的一种利用海参漂烫液提取海参皂苷的方法,其特征在于:所述的超临界 CO<sub>2</sub>流体萃取的温度控制为 40 ~ 50℃,压力为 30 ~ 40Mpa,萃取时间为 1 ~ 2h。

4. 根据权利要求 1 所述的一种利用海参漂烫液提取海参皂苷的方法,其特征在于:大孔吸附树脂柱为 AB-8 型或 D101 型。

## 一种利用海参漂烫液提取海参皂苷的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及从海参加工副产物提取活性物质的技术,尤其是一种利用海参漂烫液提取海参皂苷的方法。

### 背景技术

[0002] 鲜海参在捕捞后,由于其自身存在自溶酶等蛋白水解酶类,很容易化皮,自溶。为了便于保存,鲜海参通常要经热水漂烫处理后加工贮存。然而鲜海参在热水处理的过程中产生大量的漂烫液,经检测发现:海参漂烫液中含有大量的活性物质,如海参皂苷。而海参皂苷是海参中的一类主要活性成分,其具有多种药理活性,如抗肿瘤作用、提高免疫力、抗真菌、抗新血管形成、促进纤维蛋白溶解、抑制栓塞形成、抗炎作用(如关节炎)、抗放射活性以及抑制艾滋病病毒、乙肝病毒、单纯疱疹病毒等;新近的研究发现海参皂苷还参与脂肪代谢,具有减肥的功效。

[0003] 目前,利用海参漂烫液提取皂苷已有文献报道。例如,2006年2月15日公开的CN 1733793A中国发明专利申请公开说明书中就公开了“一种利用海参加工废液制备海参皂甙的工艺方法”,其首先将海参废液进行过滤,然后滤液用乙醇沉淀,静置,离心,再将离心上清液减压浓缩去除乙醇成分,得浓缩液,以1.5~2.0BV/h的流速通过大孔吸附树脂柱,而后用水以同样的流速洗脱以去除其中的盐分、糖类、色素等杂质成分,接着用60~70%乙醇洗脱被吸附在大孔吸附树脂上的海参皂甙成分,收集洗脱液减压浓缩至浸膏状,冷冻干燥为海参皂甙干品。该工艺方法虽具有操作简单、生产周期短、生产成本低的特点,但是其是直接利用大孔吸附树脂吸附海参漂烫液中皂苷,存在吸附效率低、吸附专一性不强、易堵柱、皂苷含量纯度低的不足。

### 发明内容

[0004] 为了克服现有技术中直接利用大孔吸附树脂吸附海参漂烫液中皂苷存在吸附效率低、吸附专一性不强、易堵柱、皂苷含量纯度低的不足,本发明提供一种工艺合理、操作可行、生产成本低、产物得率及纯度高的利用海参漂烫液提取海参皂苷的方法。

[0005] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是:一种利用海参漂烫液提取海参皂苷的方法,其特征在于:其经过下列工艺步骤:

(1) 原料的选取与处理

选取海参漂烫液为原料,将其减压浓缩,浓缩至固形物含量为20~45%,得浓缩液;

(2) 喷雾干燥

将步骤(1)中得到的浓缩液喷雾干燥,得第一固体粉末;

(3) 脱脂

将步骤(2)中得到的第一固体粉末利用超临界CO<sub>2</sub>流体萃取,去除油脂,得第二固体粉末;

(4) 醇提

将步骤(3)中得到的第二固体粉末加入其质量 20 ~ 100 倍的乙醇溶液,提取 12 ~ 24h,得提取液;其中,所述的乙醇溶液的浓度为 70 ~ 95%;

(5) 抽滤浓缩

将步骤(4)中得到的提取液进行抽滤,得抽滤液;将滤饼再次利用浓度为 70 ~ 95% 的乙醇溶液提取 12 ~ 24h,得滤饼醇提液;重复此步骤 2 次;合并所有抽滤液和滤饼醇提液,减压浓缩,去除乙醇,得浓缩液;

(6) 水沉

将步骤(5)中得到的浓缩液中加入其体积 100 ~ 300 倍的纯净水进行溶解,依次经卧螺式离心机、碟片式离心机、管式离心机去除沉淀,获取上清液,备用;

(7) 亲和层析

将步骤(6)中获得的上清液通过大孔吸附树脂柱吸附层析,利用浓度为 60 ~ 70% 的乙醇溶液洗脱大孔吸附树脂柱,得洗脱液;

(8) 浓缩干燥

将步骤(7)中得到的洗脱液真空冷冻干燥,得到海参皂苷提取物。

[0006] 所述的海参漂烫液是鲜海参经解剖去肠后,放入沸水中煮 10 ~ 30min,捞出海参后所得液体。

[0007] 所述的超临界 CO<sub>2</sub>流体萃取的温度控制为 40 ~ 50℃,压力为 30 ~ 40Mpa,萃取时间为 1 ~ 2h。

[0008] 大孔吸附树脂柱为 AB-8 型或 D101 型。

[0009] 本发明是将海参漂烫液浓缩,喷雾干燥然后利用超临界 CO<sub>2</sub>流体萃取,超临界状态的流体具有超强的溶解能力,有效脱除了海参漂烫液中的油脂类物质,避免了后续提取过程中油脂的混入;经过脱脂后的海参漂烫液粉,采用醇沉水提法,首先利用乙醇溶液提取,提取液浓缩后又复溶于水中,采用离心的方法去除溶液中的磷脂、脑苷脂类等化合物,又进一步降低了后续提取过程中杂质的混入;由于经过了上述步骤的处理,所获得的提取溶液,澄清度高,提高了大孔吸附树脂柱层析吸附效率,延长了树脂柱的使用寿命,可连续化生产,提高了目的产物的纯度;通过该方法提取获得的海参皂苷,纯度高,总皂苷含量在 90 ~ 95% 之间。该技术方法增加了从海参加工漂烫液中提取皂苷的可操作性和实用性,解决了直接利用大孔吸附树脂吸附海参漂烫液中皂苷,吸附效率低、吸附专一性不强、易堵柱、不可连续生产、皂苷含量纯度低的弊端。该提取方法工艺合理,操作简单,生产成本低,提取的活性物质皂苷均具有较高的保健价值,同时减少海漂烫液排放后的环境污染,具有广泛的社会和经济效益。

## 具体实施方式

[0010] 下面结合实施例对本发明做进一步说明。

[0011] 实施例 1

一种利用海参漂烫液提取海参皂苷的方法,其经过下列工艺步骤:

(1) 原料的选取与处理

选取海参漂烫液为原料,将其经 100 大气压的压力减压浓缩,浓缩至固形物含量为 30%,得浓缩液;其中,海参漂烫液是鲜海参经解剖去肠后,放入沸水中煮 20min,捞出海参

后所得液体；

(2) 喷雾干燥

将步骤(1)中得到的浓缩液喷雾干燥,得第一固体粉末；

(3) 脱脂

将步骤(2)中得到的第一固体粉末利用超临界 CO<sub>2</sub>流体萃取,去除油脂,得第二固体粉末；其中,超临界 CO<sub>2</sub>流体萃取的温度控制为 45℃,压力为 35Mpa,萃取时间为 1.5h；

(4) 醇提

将步骤(3)中得到的第二固体粉末加入其质量 80 倍的乙醇溶液,提取 15h,得提取液；其中,所述的乙醇溶液的浓度为 90%；

(5) 抽滤浓缩

将步骤(4)中得到的提取液进行抽滤,得抽滤液；将滤饼再次利用浓度为 90% 的乙醇溶液提取 15h,得滤饼醇提液；重复此步骤 2 次；合并所有抽滤液和滤饼醇提液,在 30℃ 以下减压浓缩,去除乙醇,得浓缩液；

(6) 水沉

将步骤(5)中得到的浓缩液中加入其体积 200 倍的纯净水进行溶解,依次经卧螺式离心机(转速 3000rpm)、碟片式离心机(转速 6000rpm)、管式离心机(转速 12000rpm),去除磷脂类、脑苷脂类沉淀,获取上清液,备用；

(7) 亲和层析

将步骤(6)中获得的上清液通过 AB-8 型大孔吸附树脂柱吸附层析,利用浓度为 65% 的乙醇溶液洗脱大孔吸附树脂柱,得洗脱液；

(8) 浓缩干燥

将步骤(7)中得到的洗脱液真空冷冻干燥,得到海参皂苷提取物。

[0012] 本实施例提供的提取方法工艺合理,操作简单,生产成本低。通过该方法提取获得的海参皂苷,纯度高,经测定:总皂苷含量为 92%。同时,减少海漂烫液排放后的环境污染,具有广泛的社会和经济效益。

[0013] 实施例 2

一种利用海参漂烫液提取海参皂苷的方法,其经过下列工艺步骤：

(1) 原料的选取与处理

选取海参漂烫液为原料,将其经 70 大气压的压力减压浓缩,浓缩至固形物含量为 45%,得浓缩液；其中,海参漂烫液是鲜海参经解剖去肠后,放入沸水中煮 30min,捞出海参后所得液体；

(2) 喷雾干燥

将步骤(1)中得到的浓缩液喷雾干燥,得第一固体粉末；

(3) 脱脂

将步骤(2)中得到的第一固体粉末利用超临界 CO<sub>2</sub>流体萃取,去除油脂,得第二固体粉末；其中,超临界 CO<sub>2</sub>流体萃取的温度控制为 50℃,压力为 40Mpa,萃取时间为 2h；

(4) 醇提

将步骤(3)中得到的第二固体粉末加入其质量 100 倍的乙醇溶液,提取 24h,得提取液；其中,所述的乙醇溶液的浓度为 70%；

#### (5) 抽滤浓缩

将步骤(4)中得到的提取液进行抽滤,得抽滤液;将滤饼再次利用浓度为70%的乙醇溶液提取24h,得滤饼醇提液;重复此步骤2次;合并所有抽滤液和滤饼醇提液,在25℃以下减压浓缩,去除乙醇,得浓缩液;

#### (6) 水沉

将步骤(5)中得到的浓缩液中加入其体积300倍的纯净水进行溶解,经卧螺式离心机(转速3000rpm)、碟片式离心机(转速6000rpm)、管式离心机(转速12000rpm),去除磷脂类、脑苷脂类沉淀,获取上清液,备用;

#### (7) 亲和层析

将步骤(6)中获得的上清液通过D101型大孔吸附树脂柱吸附层析,利用浓度为70%的乙醇溶液洗脱大孔吸附树脂柱,得洗脱液;

#### (8) 浓缩干燥

将步骤(7)中得到的洗脱液真空冷冻干燥,得到海参皂苷提取物。

[0014] 本实施例提供的提取方法工艺合理,操作简单,生产成本低。通过该方法提取获得的海参皂苷,纯度高,经测定:总皂苷含量为95%。

#### [0015] 实施例3

一种利用海参漂烫液提取海参皂苷的方法,其经过下列工艺步骤:

##### (1) 原料的选取与处理

选取海参漂烫液为原料,将其经200大气压的压力减压浓缩,浓缩至固形物含量为20%,得浓缩液;其中,海参漂烫液是鲜海参经解剖去肠后,放入沸水中煮10min,捞出海参后所得液体;

##### (2) 喷雾干燥

将步骤(1)中得到的浓缩液喷雾干燥,得第一固体粉末;

##### (3) 脱脂

将步骤(2)中得到的第一固体粉末利用超临界CO<sub>2</sub>流体萃取,去除油脂,得第二固体粉末;其中,超临界CO<sub>2</sub>流体萃取的温度控制为40℃,压力为30Mpa,萃取时间为1h;

##### (4) 醇提

将步骤(3)中得到的第二固体粉末加入其质量20倍的乙醇溶液,提取12h,得提取液;其中,所述的乙醇溶液的浓度为95%;

##### (5) 抽滤浓缩

将步骤(4)中得到的提取液进行抽滤,得抽滤液;将滤饼再次利用浓度为95%的乙醇溶液提取12h,得滤饼醇提液;重复此步骤2次;合并所有抽滤液和滤饼醇提液,在30℃以下减压浓缩,去除乙醇,得浓缩液;

##### (6) 水沉

将步骤(5)中得到的浓缩液中加入其体积100倍的纯净水进行溶解,经卧螺式离心机(转速3000rpm)、碟片式离心机(转速6000rpm)、管式离心机(转速12000rpm),去除磷脂类、脑苷脂类沉淀,获取上清液,备用;

##### (7) 亲和层析

将步骤(6)中获得的上清液通过AB-8型大孔吸附树脂柱吸附层析,利用浓度为60%的

乙醇溶液洗脱大孔吸附树脂柱,得洗脱液;

(8) 浓缩干燥

将步骤(7)中得到的洗脱液真空冷冻干燥,得到海参皂苷提取物。

[0016] 本实施例提供的提取方法工艺合理,操作简单,生产成本低。通过该方法提取获得的海参皂苷,纯度高,经测定:总皂苷含量为90%。