



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103772473 B

(45) 授权公告日 2015. 07. 29

(21) 申请号 201410011497. 7

(22) 申请日 2014. 01. 10

(73) 专利权人 吉首大学

地址 416000 湖南省湘西土家族苗族自治州  
吉首市人民南路 120 号

(72) 发明人 姚茂君

(51) Int. Cl.

C07J 63/00(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 103102384 A, 2013. 05. 15, 说明书实施例  
1-5.

CN 103467561 A, 2013. 12. 25, 说明书实施例  
2.

RU 2163827 C2, 2001. 03. 10, 全文.

CN 101946848 A, 2011. 01. 19, 全文.

CN 1554290 A, 2004. 12. 15, 全文.

CN 101138686 A, 2008. 03. 12, 全文.

CN 101205248 A, 2008. 06. 25, 全文.

CN 102740942 A, 2012. 10. 17, 全文.

李开泉, 等. . 迷迭香熊果酸的提取与结构鉴定. 《江西师范大学学报(自然科学版)》. 2012, 第  
36 卷(第 1 期), 第 8-11 页.

梁振益, 等. . 迷迭香中熊果酸的提取工艺研究. 《时珍国医国药》. 2010, 第 21 卷(第 11 期),  
第 2806-2808 页.

审查员 章磊

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种真空脉动式提取纯化迷迭香中熊果酸的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种真空脉动式提取纯化熊果酸的方法, 该方法包括(1) 将原料药材迷迭香干燥并粉碎;(2) 以 20-90% 的乙醇为溶剂对物料进行真空脉动式回流提取, 提取液进行浓缩, 备用;(3) 将浓缩后的熊果酸提取液用 D101 大孔树脂吸附后超声解析, 再经浓缩、两次结晶和干燥后即得 90-98% 的熊果酸产品。本发明的整个工艺过程在没有用乙醇以外的任何有机溶剂的情况下, 做到了对熊果酸的高效、绿色提取, 最终得到的熊果酸产品具有抑菌、抗肿瘤、消炎等活性, 应用前景广阔。

1. 一种真空脉动式提取纯化迷迭香中熊果酸的方法,其特征在于包含以下几个步骤:

(1) 原料药材的处理:将原料药材迷迭香干燥并粉碎至 20-80 目;

(2) 熊果酸的提取:将物料置于提取罐后,进行抽真空处理,抽出罐体和植物细胞内的空气,再吸入 20-90% 的乙醇为溶剂对物料进行回流提取,吸入的溶剂与物料的体积质量比为 5:1-15:1,提取时间 1-4 小时,重复操作两次,合并提取液进行浓缩,备用,体积质量比中体积的单位为毫升,质量的单位为克,提取过程中对提取罐进行间歇式的抽真空和破真空,利用真空脉动强化传质;

(3) 熊果酸的纯化:将浓缩后的熊果酸提取液与 D101 大孔树脂混合后搅拌均匀,过滤,往过滤后的树脂中加入 90-95% 的乙醇,在常温下超声提取 5-10 分钟,提取液经浓缩、两次结晶和干燥后即得熊果酸产品。

## 一种真空脉动式提取纯化迷迭香中熊果酸的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种熊果酸的制备方法,具体指采用真空脉动式提取纯化迷迭香中熊果酸的方法。

### 背景技术

[0002] 迷迭香为唇形科多年生宿根草本、大型丛生常绿灌木植物,具有强烈的芳香气味,是目前公认的具有较高抗氧化作用的植物。迷迭香于 1981 年从原产地地中海引进,我国南方现已有大面积栽培,迷迭香性温味辛无毒,具有健胃、发汗、安神等功效,能治各种头痛。

[0003] 熊果酸是迷迭香中最主要的活性物质,为五环三萜类化合物。现代药理学研究表明:熊果酸具有镇静、抗炎、抗菌、抗糖尿病、抗溃疡、降血脂等多种功效,还有明显的抗氧化功能,被广泛用作医药和化妆品原料。

[0004] 从迷迭香中提取熊果酸大多采用溶剂法,但常规的溶剂提取方法很难保证有较高的提取效率,因此发展了超声波辅助、微波辅助、仿生提取、动态逆流提取等多种提取方法,这些方法虽然使提取效率提高了,但由于设备投入较大,因而生产成本并未明显下降,现有技术不能满足熊果酸提取的要求。

[0005] 常规的溶剂法提取效率较低的原因是:迷迭香的主要成分为纤维素、果胶和木质素等物质,溶剂对这类物质的穿透性往往较差,熊果酸又被以纤维素、果胶和木质素为主要成分的植物细胞组织所包裹,因而在提取过程中存在很大的传质阻力,溶剂很难穿过植物细胞组织去溶解熊果酸,溶解了熊果酸的溶液也很难释放出来,提取时间长且效率低,熊果酸的残留率往往也较高。

[0006] 另一方面,由于迷迭香中的熊果酸含量较低,提取过程中也随之带来大量的杂质,因而需要进行纯化,但现阶段的纯化技术存在收率低、成本高的缺点,因而,现有技术不能满足迷迭香熊果酸提取、纯化要求。

### 发明内容

[0007] 为解决上述从迷迭香中提取熊果酸的现有技术存在的问题,本发明人经过大量的科学实践,终于发明出一种提取效率高、熊果酸残留率低,纯化过程中操作简单,高效、绿色的从迷迭香中提取纯化熊果酸的方法。

[0008] 本发明包括以下几个步骤:

[0009] (1) 原料药材的处理:将原料药材迷迭香干燥并粉碎至 20-80 目。

[0010] (2) 熊果酸的提取:将物料置于提取罐后,进行抽真空处理,抽出罐体和植物细胞内的空气,再吸入 20-90% 的乙醇为溶剂对物料进行回流提取,吸入的溶剂与物料的体积质量比为 5:1-15:1,提取时间 1-4 小时,重复操作两次,合并提取液进行浓缩,备用。体积质量比中体积的单位为毫升,质量的单位为克。

[0011] 上述提取过程中对提取罐进行间歇式的抽真空和破真空,利用真空脉动强化传

质。真空脉动强化传质的机制是：当抽真空时，迷迭香组织细胞内压力大于迷迭香组织细胞外，溶解了熊果酸的溶剂在压差作用下能强制穿过迷迭香细胞组织；当破真空时，迷迭香组织细胞外压大于迷迭香组织细胞内压，迷迭香组织细胞外的溶剂因为压差作用而迅速进入迷迭香组织细胞内部去溶解熊果酸，这种迷迭香组织细胞内外压力的交替变化强化了溶剂和溶解在溶剂中的熊果酸传质，使提取效率提高、残留率降低。

[0012] (3) 熊果酸的纯化：将浓缩后的熊果酸提取液与 D101 大孔树脂混合后搅拌均匀，过滤，往过滤后的树脂中加入 90-95% 的乙醇，在常温下超声提取 5-10 分钟，提取液经浓缩、两次结晶和干燥后即得熊果酸产品，产品中熊果酸的质量分数可达 90%-98%。

[0013] 与现有技术相比，本发明的有益效果是：对提取罐进行间歇式的抽真空和破真空，采用真空脉动强化传质，有效缩短了提取时间，提高了熊果酸的提取率，提取率达 90% 以上；采用真空脉动式提取在缩短提取时间和保证提取率的同时也降低了对设备的要求，普通的回流提取罐经简单改造即可实现，降低了成本；熊果酸纯化过程采用大孔树脂吸附和超声波解析，比常规的上柱吸附洗脱操作简便、洗脱效率高并降低了洗脱剂的用量，节省了成本；同时，本发明的整个工艺过程在没有用乙醇以外的任何有机溶剂的情况下，做到了对熊果酸的高效、绿色提取，最终得到的熊果酸产品具有抑菌、抗肿瘤、消炎等活性，应用前景广阔。

### 具体实施方式

[0014] 以下对真空脉动式提取纯化迷迭香中熊果酸的方法进行详细说明。

[0015] 实施例 1：

[0016] (1) 原料药材的处理：将原料药材迷迭香干燥并粉碎至 30 目。

[0017] (2) 熊果酸的提取：将物料置于提取罐后，进行抽真空处理，抽出罐体和植物细胞内的空气，再吸入 30% 的乙醇为溶剂对物料进行回流提取，吸入的溶剂与物料的体积质量比为 6:1，提取时间 2.2 小时，重复操作两次，合并提取液进行浓缩，备用。体积质量比中体积的单位为毫升，质量的单位为克。

[0018] 上述提取过程中对提取罐进行间歇式的抽真空和破真空，利用真空脉动强化传质。

[0019] (3) 熊果酸的纯化：将浓缩后的熊果酸提取液与 D101 大孔树脂混合后搅拌均匀，过滤，往过滤后的树脂中加入 91% 的乙醇，在常温下超声提取 6 分钟，提取液经浓缩、两次结晶和干燥后即得熊果酸产品，产品中熊果酸的质量分数为 94.8%。

[0020] 实施例 2：

[0021] (1) 原料药材的处理：将原料药材迷迭香干燥并粉碎至 70 目。

[0022] (2) 熊果酸的提取：将物料置于提取罐后，进行抽真空处理，抽出罐体和植物细胞内的空气，再吸入 60% 的乙醇为溶剂对物料进行回流提取，吸入的溶剂与物料的体积质量比为 10:1，提取时间 1.3 小时，重复操作两次，合并提取液进行浓缩，备用。体积质量比中体积的单位为毫升，质量的单位为克。

[0023] 上述提取过程中对提取罐进行间歇式的抽真空和破真空，利用真空脉动强化传质。

[0024] (3) 熊果酸的纯化：将浓缩后的熊果酸提取液与 D101 大孔树脂混合后搅拌均匀，

过滤,往过滤后的树脂中加入 93% 的乙醇,在常温下超声提取 8 分钟,提取液经浓缩、两次结晶和干燥后即得熊果酸产品,产品中熊果酸的质量分数为 91.3%。

[0025] 实施例 3:

[0026] (1) 原料药材的处理:将原料药材迷迭香干燥并粉碎至 50 目。

[0027] (2) 熊果酸的提取:将物料置于提取罐后,进行抽真空处理,抽出罐体和植物细胞内的空气,再吸入 85% 的乙醇为溶剂对物料进行回流提取,吸入的溶剂与物料的体积质量比为 14:1,提取时间 3.7 小时,重复操作两次,合并提取液进行浓缩,备用。体积质量比中体积的单位为毫升,质量的单位为克。

[0028] 上述提取过程中对提取罐进行间歇式的抽真空和破真空,利用真空脉动强化传质。

[0029] (3) 熊果酸的纯化:将浓缩后的熊果酸提取液与 D101 大孔树脂混合后搅拌均匀,过滤,往过滤后的树脂中加入 94.6% 的乙醇,在常温下超声提取 9.4 分钟,提取液经浓缩、两次结晶和干燥后即得熊果酸产品,产品中熊果酸的质量分数为 97.1%。