



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103571891 A

(43) 申请公布日 2014. 02. 12

(21) 申请号 201310531416. 1

(22) 申请日 2013. 11. 01

(71) 申请人 湖南科源生物制品有限公司

地址 410000 湖南省长沙市万家丽中路 81
号华雅花园 1 栋 16 楼

(72) 发明人 李伟 刘志强

(74) 专利代理机构 长沙星耀专利事务所 43205

代理人 宁星耀 舒欣

(51) Int. Cl.

C12P 7/22 (2006. 01)

C07C 39/21 (2006. 01)

C07C 37/82 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种从虎杖中提取白藜芦醇的方法

(57) 摘要

一种从虎杖中提取白藜芦醇的方法,包括以下步骤:(1)自然酶解:将虎杖粉碎,加入用盐酸调 pH 至 4~5 的水,混合均匀,置于发酵罐中密封,于温度 40~50℃保温酶解 4~5 天,得酶解物料;(2)提取:向酶解物料中加入有机溶剂回流提取 2~4 次,合并提取液;(3)柱层析:将提取液通过装有氧化铝树脂的层析柱,提取液的流速为 1~2BV/小时,收集过柱流出液;(4)脱色:向流出液中加入活性炭,升温至 60~120℃,搅拌 1~2 小时,趁热过滤,得滤液;(5)浓缩结晶:将滤液浓缩至原滤液体积的 1/10~1/15,降温析晶,过滤,即成。本发明生产成本低,所得产品纯度高,收率高,适合工业化大规模生产。

1. 一种从虎杖中提取白藜芦醇的方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1)自然酶解:将虎杖粉碎,加入相当于虎杖重量0.5~1.0倍的用盐酸调pH至4~5的水,混合均匀,置于发酵罐中密封,于温度40~50℃保温酶解4~5天,得酶解物料;

(2)提取:向步骤(1)所得酶解物料中加入有机溶剂回流提取2~4次,每次回流提取有机溶剂的用量为原料虎杖重量的2~5倍,每次回流提取时间为2~4小时,合并提取液;

(3)柱层析:将步骤(2)所得提取液通过装有氧化铝树脂的层析柱,氧化铝树脂的用量为原料虎杖重量的0.5~1.5倍,提取液的流速为1~2BV/小时,收集过柱流出液;

(4)脱色:向步骤(3)所得流出液中加入活性炭,活性炭的用量为流出液重量的1~10%,升温至60~120℃,搅拌1~2小时,趁热过滤,得滤液;

(5)浓缩结晶:将步骤(4)所得滤液浓缩至原滤液体积的1/10~1/15,降温析晶,过滤,即成。

2. 根据权利要求1所述的从虎杖中提取白藜芦醇的方法,其特征在于,步骤(1)中,虎杖粉碎至颗粒大小为60~100目。

3. 根据权利要求1或2所述的从虎杖中提取白藜芦醇的方法,其特征在于,步骤(2)中,提取用有机溶剂为甲醇、乙醇、丙醇、丙酮或乙酸乙酯。

4. 根据权利要求1或2所述的从虎杖中提取白藜芦醇的方法,其特征在于,步骤(5)中,降温析晶的温度为0~5℃,时间为6~8小时。

一种从虎杖中提取白藜芦醇的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种提取白藜芦醇的方法,尤其是涉及一种从虎杖中提取白藜芦醇的方法。

背景技术

[0002] 白藜芦醇是一种天然的抗氧化剂,可降低血液粘稠度,抑制血小板凝结和血管舒张,保持血液畅通,可预防癌症的发生及恶化,具有抗动脉粥样硬化,冠心病、缺血性心脏病、高血脂的防治,抑制肿瘤,雌激素样作用,可用于治疗乳腺癌等疾病。1998年,美国学者编著《抗衰老圣经》一书时,将白藜芦醇列为“100种最热门有效抗衰老物质”之一。

[0003] 目前,从虎杖中提取白藜芦醇的方法主要有三种:

1、往原料中加入植物酶,将白藜芦醇甙在外源酶的作用下水解为白藜芦醇,再用有机溶剂提取。此法酶的用量大,成本高。

[0004] 2、用有机溶剂提取原料,浓缩得浸膏,往浸膏中加入植物酶,将白藜芦醇甙水解,再用有机溶剂萃取。此法酶的用量虽然小,但是所得产品纯度不高,约50%左右。

[0005] 3、用有机溶剂提取原料,浓缩,除杂,精制,得白藜芦醇甙纯品,再用化学方法将其水解,得白藜芦醇。此法所得产品虽然纯度较高,但是生产周期长,收率低,不超过70%。

发明内容

[0006] 本发明所要解决的技术问题是,提供一种成本低,所得产品纯度高,收率高的从虎杖中提取白藜芦醇的方法。

[0007] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是:一种从虎杖中提取白藜芦醇的方法,包括以下步骤:

(1)自然酶解:将虎杖粉碎,加入相当于虎杖重量0.5~1.0倍的用盐酸调pH至4~5的水,混合均匀,置于发酵罐中密封,于温度40~50℃保温酶解4~5天,得酶解物料;

(2)提取:向步骤(1)所得酶解物料中加入有机溶剂回流提取2~4次(优选3次),每次回流提取有机溶剂的用量为原料虎杖重量的2~5倍,每次回流提取时间为2~4小时,合并提取液;

(3)柱层析:将步骤(2)所得提取液通过装有氧化铝树脂的层析柱,氧化铝树脂的用量为原料虎杖重量的0.5~1.5倍,提取液的流速为1~2BV/小时,收集过柱流出液;

(4)脱色:向步骤(3)所得流出液中加入活性炭,活性炭的用量为流出液重量的1~10%,升温至60~120℃,搅拌1~2小时,趁热过滤,得滤液;

(5)浓缩结晶:将步骤(4)所得滤液浓缩至原滤液体积的1/10~1/15,降温析晶,过滤,即成。

[0008] 进一步,步骤(1)中,虎杖粉碎至颗粒大小为60~100目。

[0009] 进一步,步骤(2)中,提取用有机溶剂为甲醇、乙醇、丙醇、丙酮或乙酸乙酯等,优选体积分数80~85%的甲醇或体积分数80~85%的乙醇。

[0010] 进一步,步骤(5)中,降温析晶的温度为 0 ~ 5℃,时间为 6 ~ 8 小时。

[0011] 所述氧化铝树脂可为中性氧化铝树脂、碱性氧化铝树脂或酸性氧化铝树脂,优选中性氧化铝树脂。

[0012] 与现有技术相比,本发明具有以下优点:

(1) 利用虎杖自身的内源酶将白藜芦醇甙酶解成为白藜芦醇,不需使用外源酶,从而降低生产成本;

(2) 提取所用有机溶剂回收后可重复使用,柱层析所用氧化铝树脂活化后也可重复使用,生产成本大幅度降低;

(3) 氧化铝树脂对提取液中的大黄素、色素等杂质有特异的吸附能力,而对白藜芦醇无吸附,可有效地去除杂质,同时确保产品收率;

(4) 分离纯化的效果显著,产品纯度在 98% 以上;

(5) 提取彻底,生产过程损耗小,产品收率高,达 95% 以上;

(6) 原料来源广泛,设备要求低,适合工业化大规模生产。

具体实施方式

[0013] 以下结合实施例对本发明作进一步说明。

[0014] 实施例 1

本实施例包括以下步骤:

(1) 自然酶解:取虎杖 100kg (白藜芦醇含量 1.29%),粉碎至 80 目,加入 50kg 用盐酸调 pH 至 5 的水,混合均匀,置于发酵罐中密封,于 50℃ 保温酶解 4 天,得酶解物料;

(2) 提取:向步骤(1)所得酶解物料加入体积分数 85% 的甲醇回流提取三次,第一次甲醇用量为 400L,提取时间为 3 小时;第二次甲醇用量为 300L,提取时间为 2 小时;第三次甲醇用量为 300L,提取时间为 2 小时,合并提取液;

(3) 柱层析:将步骤(2)所得提取液通过装有中性氧化铝树脂的层析柱,氧化铝树脂的用量为 100kg,提取液的流速为 1.5BV/小时,收集过柱流出液;

(4) 脱色:向步骤(3)所得流出液中加入活性炭 5kg,升温至 68℃,搅拌 1.5 小时,趁热过滤,得滤液;

(5) 浓缩结晶:将滤液浓缩至 70L,降温至 5℃,析晶 8 小时,过滤,得到白藜芦醇纯品 1.25kg,纯度为 98.60%,收率为 96.9%。

[0015] 实施例 2

本实施例包括以下步骤:

(1) 自然酶解:取虎杖 100kg (白藜芦醇含量 1.24%),粉碎至 80 目,加入 50kg 用盐酸调 pH 至 5 的水,混合均匀,置于发酵罐中密封,于 45℃ 保温酶解 5 天,得酶解物料;

(2) 提取:向步骤(1)所得酶解物料中加入体积分数 80% 的乙醇回流提取三次,第一次乙醇用量为 400L,提取时间为 3 小时;第二次乙醇用量为 300L,提取时间为 2 小时;第三次乙醇用量为 300L,提取时间为 2 小时,合并提取液;

(3) 柱层析:将步骤(2)所得提取液通过装有中性氧化铝树脂的层析柱,中性氧化铝树脂的用量为 100kg,提取液的流速为 1BV/小时,收集过柱流出液;

(4) 脱色:向步骤(3)所得流出液中加入活性炭 7kg,升温至 80℃,搅拌 1.5 小时,趁热

过滤,得滤液;

(5) 浓缩结晶:将滤液浓缩至 75L,降温至 0℃,析晶 8 小时,过滤,得到白藜芦醇纯品 1.18kg,纯度为 98.52%,收率为 95.16%。