



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 108114024 B

(45)授权公告日 2020.09.08

(21)申请号 201711465007.0

(22)申请日 2017.12.28

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 108114024 A

(43)申请公布日 2018.06.05

(73)专利权人 中南大学
地址 410083 湖南省长沙市麓山南路932号

(72)发明人 周智广 李交昆 曾伟民 胡芳
申丽 黄干 余润兰 吴学玲
刘元东 吴晨晨 李芳 刘阿娟
邱冠周

(74)专利代理机构 长沙朕扬知识产权代理事务
所(普通合伙) 43213
代理人 杨斌

(51)Int.Cl.

A61K 36/61(2006.01)

A61K 127/00(2006.01)

(56)对比文件

CN 102863503 A,2013.01.09

CN 106237067 A,2016.12.21

张宏康等.番石榴和番石榴叶加工研究进
展.《食品工业科技》.2014,(第15期),第390-394
页.

审查员 李莹

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种番石榴叶萜类物质的提取方法

(57)摘要

本发明公开了一种番石榴叶萜类物质的提取方法,包括如下步骤:(1)将番石榴叶洗净后烘干、粉碎成粉末后,过筛;(2)加入乙醇放入超声波细胞粉碎机中进行超声波处理,然后干燥为粉末;(3)进行超临界CO₂萃取,收集萃取液,真空干燥为粉末;(4)粉末用水分散,采用大孔树脂柱进行纯化,用洗脱剂进行洗脱,收集洗脱液,浓缩干燥后即得到所述的番石榴叶萜类物质。本发明的提取方法,将超声波提取技术与超临界CO₂萃取相结合,从而大大降低了超临界CO₂萃取的压力和温度,缩短萃取时间,使用的溶剂较少、方法简单,且节省能源,真正做到了被萃取物质的纯天然。

1. 一种番石榴叶萜类物质的提取方法,包括如下步骤:

(1) 将番石榴叶洗净后烘干、粉碎成粉末后,过筛;

(2) 取所述步骤(1)后得到的番石榴叶粉末,加入乙醇放入超声波细胞粉碎器中进行超声波处理,然后干燥为粉末;其中,乙醇为体积浓度为50%的乙醇溶液,番石榴叶与乙醇的料液比为1:10-15 g/mL,超声波处理的温度为48-52℃,超声波处理的功率为300-350W,超声波处理的时间为5-10min;

(3) 将所述步骤(2)干燥后得到的粉末加入乙酸乙酯作为夹带剂,混合均匀后,装填入萃取釜中进行萃取,粉末和乙酸乙酯的料液比1:0.5-2.0g/mL,萃取温度为43-50℃,萃取压力为20-25MPa,CO₂ 流速为18-22L/h,萃取时间为1-2h,收集萃取液,真空干燥为粉末;

(4) 将所述步骤(3)干燥后得到的粉末分散,采用AB-8大孔树脂柱进行纯化,具体操作包括如下步骤:首先对大孔吸附树脂进行预处理,然后树脂上柱,样液上柱,样液为粉末用水分散后得到浓度为0.8 mg/mL的三萜类富集物,pH=6.0,上柱流速为2 BV/h,经大孔吸附树脂的解吸,然后以体积浓度为50%的乙醇为洗脱剂进行洗脱,浓缩,即得到所述的番石榴叶萜类物质。

2. 根据权利要求1所述的提取方法,其特征在于,所述步骤(1)中,过筛为过40-60目筛。

一种番石榴叶萜类物质的提取方法

技术领域

[0001] 本发明属于番石榴叶化合物提纯领域,尤其涉及一种番石榴叶萜类物质的提取方法。

背景技术

[0002] 番石榴(*Psidium guajava* Linn.)桃金娘科乔木,原产南美洲。中国华南各地栽培,常见有逸为野生种,北达四川西南部的安宁河谷,生于荒地或低丘陵上;果供食用;叶含挥发油及鞣质等,供药用,有止痢、止血、健胃等功效;叶经煮沸去掉鞣质,晒干作茶叶用,味甘,有清热作用。对番石榴叶的化学成分研究表明:番石榴叶中含有蛋白质、多糖、多酚、黄酮类化合物和三萜类化合物等。番石榴叶中的三萜类成分主要是以熊果酸为母核的五环三萜类化合物,且C-2位多连有 α -羟基,其次为齐墩果烷型化合物。有研究者用总三萜高中低剂量分别对造模成功的糖尿病大鼠灌胃给药,发现总三萜化合物有降糖作用,推测其机制可能是提高了脂肪组织蛋白PPAR γ 的表达水平。除含五环三萜外,番石榴叶还含有苯二醌杂源萜类化合物。另有研究者发现一个新的番石榴叶二醛二聚体从番石榴叶乙醇提取物中得到了两个具有新骨架的杂萜:Psiguadial A和Psiguadial B,并且在番石榴叶乙酸乙酯提取物中得到Psidial A,Psidial B,Psidial C,其中 Psidial B,Psidial C 对 PTP1B 有一定的抑制作用,从而具有降糖活性。然而目前,鲜有番石榴叶萜类化合物的提取方法。

[0003] 目前较常用的分离提取番石榴叶中萜类物质的方法有萃取法、微乳法和硅胶柱层析法等,但这些方法存在操作复杂、成本较高、溶剂毒性高、能耗高等缺点。

发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题是,克服以上背景技术中提到的不足和缺陷,提供一种番石榴叶萜类物质的提取方法。

[0005] 为解决上述技术问题,本发明提出的技术方案为提供一种番石榴叶萜类物质的提取方法,包括如下步骤:

[0006] (1)将番石榴叶洗净后烘干、粉碎成粉末后,过筛;

[0007] (2)取所述步骤(1)后得到的番石榴叶粉末,加入乙醇放入超声波细胞粉碎器中进行超声波处理,然后干燥为粉末;

[0008] (3)将所述步骤(2)干燥后得到的粉末进行超临界CO₂ 萃取,收集萃取液,真空干燥为粉末;

[0009] (4)将所述步骤(3)干燥后得到的粉末分散,采用大孔树脂柱进行纯化,洗脱,浓缩,即得到所述的番石榴叶萜类物质。

[0010] 上述的提取方法,优选的,所述步骤(1)中,过筛为过40-60目筛。

[0011] 优选的,所述步骤(2)中,乙醇为体积浓度为50%的乙醇溶液,番石榴叶与乙醇的料液比为1:10-15 g/mL。

[0012] 优选的,所述步骤(2)中,超声波处理的温度为48-52 $^{\circ}$ C,超声波处理的功率为300-

350W,超声波处理的时间为5-10min。

[0013] 优选的,所述步骤(3)中,超临界CO₂ 萃取的具体操作包括如下步骤:将干燥后的粉末加入乙酸乙酯作为夹带剂,混合均匀后,装填入超临界萃取设备中进行萃取。

[0014] 优选的,所述步骤(3)中,超临界萃取设备为萃取釜,粉末和乙酸乙酯的料液比1:0.5-2.0g/mL。

[0015] 更优选的,所述步骤(3)中,萃取温度为43-50℃,萃取压力为20-25MPa,CO₂ 流速为18-22L/h,萃取时间为1-2h。

[0016] 优选的,所述步骤(4)中,大孔树脂柱为AB-8 大孔树脂柱,洗脱以体积浓度为50%的乙醇为洗脱剂。

[0017] 优选的,所述步骤(4)中,采用大孔树脂柱进行纯化的具体操作包括如下步骤:首先对大孔吸附树脂进行预处理,然后树脂上柱,样液上柱,经大孔吸附树脂的解吸、洗脱后,得到洗脱液。

[0018] 更优选的,所述样液上柱中,样液为粉末用水分散后得到浓度为0.8 mg/mL的三萜类富集物,pH=6.0,上柱流速为2 BV/h。

[0019] 超临界CO₂萃取同时具有精馏和液相萃取的特点,实现了萃取和分离过程一体化,使用的溶剂较少、方法简单,且节省能源。此外,43-50℃的低温萃取保留了天然有效成分(如易挥发性和热敏性物质)、又不引入其他溶剂,真正做到了被萃取物质的纯天然。压力过大会增加能耗,增加生产成本,不利于工业生产。温度过高会破坏萜类物质的结构,使活性物质失活,失去降糖效果。本发明将超声波提取技术与超临界CO₂萃取相结合,从而大大降低了超临界CO₂萃取的压力和温度,缩短萃取时间。

[0020] 与现有技术相比,本发明的有益效果为:

[0021] 1、本发明的提取方法,将超声波提取技术与超临界CO₂萃取相结合,从而大大降低了超临界CO₂萃取的压力和温度,缩短萃取时间,使用的溶剂较少、方法简单,且节省能源,真正做到了被萃取物质的纯天然。

[0022] 2、本发明的提取方法,采用了超临界CO₂萃取,超临界CO₂萃取同时具有精馏和液相萃取的特点,实现了萃取和分离过程一体化,使用的溶剂较少、方法简单,且节省能源。此外,43-50℃的低温萃取保留了天然有效成分(如易挥发性和热敏性物质)、又不引入其他溶剂,真正做到了被萃取物质的纯天然。

具体实施方式

[0023] 为了便于理解本发明,下文将结合较佳的实施例对本发明做更全面、细致地描述,但本发明的保护范围并不限于以下具体实施例。

[0024] 除非另有定义,下文中所使用的所有专业术语与本领域技术人员通常理解含义相同。本文中所使用的专业术语只是为了描述具体实施例的目的,并不是旨在限制本发明的保护范围。

[0025] 除非另有特别说明,本发明中用到的各种原材料、试剂、仪器和设备等均可通过市场购买得到或者可通过现有方法制备得到。

[0026] 实施例1:

[0027] 一种本发明的番石榴叶萜类物质的提取方法,包括如下步骤:

[0028] (1)将番石榴叶洗净后烘干、粉碎成粉末后,过40目筛;

[0029] (2)取所述步骤(1)后得到的番石榴叶粉末,按照料液比1:10g/mL的比例加入体积浓度为50%的乙醇,放入超声波细胞粉碎器中进行超声波处理,超声波处理的温度为48℃,超声波处理的功率为300W,超声波处理的时间为5min,然后干燥为粉末;

[0030] (3)将所述步骤(2)干燥后得到的粉末加入到萃取釜中,进行超临界CO₂萃取,萃取温度为43℃,萃取压力为20MPa,CO₂流速为18L/h,按照料液比1:2.0g/mL比例加入乙酸乙酯作为夹带剂,萃取2h,收集萃取液,回收溶剂,真空干燥为粉末;

[0031] (4)将所述步骤(3)干燥后得到的粉末用水分散为浓度为0.8 mg/mL的三萜类富集物,通过AB-8大孔树脂柱进行纯化,pH=6.0,首先对大孔吸附树脂进行预处理,然后树脂上柱,样液上柱,上柱流速为2 BV/h,经大孔吸附树脂的解吸后,用体积浓度为50%的乙醇进行洗脱,收集洗脱液,浓缩后即得到所述的番石榴叶萜类物质。

[0032] 经测定,萜类物质的含量,为番石榴叶质量的2.76%。

[0033] 实施例2:

[0034] 一种本发明的番石榴叶萜类物质的提取方法,包括如下步骤:

[0035] (1)将番石榴叶洗净后烘干、粉碎成粉末后,过40目筛;

[0036] (2)取所述步骤(1)后得到的番石榴叶粉末,按照料液比1:10g/mL的比例加入体积浓度为50%的乙醇,放入超声波细胞粉碎器中进行超声波处理,超声波处理的温度为52℃,超声波处理的功率为350W,超声波处理的时间为10min,然后干燥为粉末;

[0037] (3)将所述步骤(2)干燥后得到的粉末加入到萃取釜中,进行超临界CO₂萃取,萃取温度为45℃,萃取压力为20MPa,CO₂流速为18L/h,按照料液比1:2.0g/mL比例加入乙酸乙酯作为夹带剂,萃取2h,收集萃取液,回收溶剂,真空干燥为粉末;

[0038] (4)将所述步骤(3)干燥后得到的粉末用水分散为浓度为0.8 mg/mL的三萜类富集物,通过AB-8大孔树脂柱进行纯化,pH=6.0,首先对大孔吸附树脂进行预处理,然后树脂上柱,样液上柱,上柱流速为2 BV/h,经大孔吸附树脂的解吸后,用体积浓度为50%的乙醇进行洗脱,收集洗脱液,浓缩后即得到所述的番石榴叶萜类物质。

[0039] 经测定,萜类物质的含量,为番石榴叶质量的2.83%。

[0040] 对比例:

[0041] 一种番石榴叶萜类物质的提取方法,包括如下步骤:

[0042] (1)将番石榴叶洗净后烘干、粉碎成粉末后,过40目筛;

[0043] (2)取所述步骤(1)后得到的番石榴叶粉末,加入到萃取釜中,进行超临界CO₂萃取,萃取温度为65℃,萃取压力为50MPa,CO₂流速为18L/h,按照料液比1:2.0g/mL比例加入乙酸乙酯作为夹带剂,萃取4h,收集萃取液,回收溶剂,真空干燥为粉末;

[0044] (3)将所述步骤(2)干燥后得到的粉末用水分散为浓度为0.8 mg/mL的三萜类富集物,通过AB-8大孔树脂柱进行纯化,pH=6.0,首先对大孔吸附树脂进行预处理,然后树脂上柱,样液上柱,上柱流速为2 BV/h,经大孔吸附树脂的解吸后,用体积浓度为50%的乙醇进行洗脱,收集洗脱液,浓缩后即得到所述的番石榴叶萜类物质。

[0045] 经测定,萜类物质的含量,为番石榴叶质量的2.63%。

[0046] 本实施例的提取方法,将超声波提取技术与超临界CO₂萃取相结合,从而大大降低了超临界CO₂萃取的压力和温度,缩短萃取时间,使用的溶剂较少、方法简单,且节省能源,

真正做到了被萃取物质的纯天然。