



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112500442 A

(43) 申请公布日 2021.03.16

(21) 申请号 202011480966.1

(22) 申请日 2020.12.15

(71) 申请人 南京亘闪生物科技有限公司

地址 210047 江苏省南京市江北新区长芦
街道宁六路606号A栋331室

(72) 发明人 仲玉 任连兵

(74) 专利代理机构 南京灿烂知识产权代理有限
公司 32356

代理人 朱妃

(51) Int. Cl.

C07H 15/203 (2006.01)

C07H 1/06 (2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种利用功能性高分子树脂提取树莓苷的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种利用功能性高分子树脂提取树莓苷的方法,包括:色谱柱装柱、冲洗,树莓苷溶液的制备,上样,平衡,洗脱,浓缩,得到所需树莓苷。本发明通过以功能性高分子树脂为填料,以去离子水上样,并用纯水洗脱,可以实现树莓苷纯度的有效提升,具有效率高、成本低的特点,同时该提取方法避免使用大量的乙醇重结晶液,绿色环保,易实现产业化。

1. 一种利用功能性高分子树脂提取树莓苷的方法,其特征在于,包括如下步骤:

(1) 色谱柱装柱、冲洗:将功能性高分子树脂分散于水中,形成浆液,将浆液转移至色谱柱中,去离子水冲洗压实色谱柱床并浸泡,去离子水冲洗至流出液无异味;

(2) 树莓苷溶液的制备:取树莓苷粗品并用超纯水稀释,制成树莓苷溶液;

(3) 上样:将步骤(2)得到的树莓苷溶液连续流过色谱柱;

(4) 平衡:上样结束后,用超声水冲洗色谱柱;

(5) 洗脱:色谱柱平衡结束后,以去离子水为洗脱液,分开收集流出液,检测纯度;将纯度合格的收集液合并,得到收集液;

(6) 浓缩:将收集液浓缩,烘干,得到所需树莓苷。

2. 根据权利要求1所述的利用功能性高分子树脂提取树莓苷的方法,其特征在于,所述功能性高分子树脂为聚苯乙烯微球树脂。

3. 根据权利要求2所述的利用功能性高分子树脂提取树莓苷的方法,其特征在于,所述聚苯乙烯微球树脂的制备包括如下步骤:

将聚苯乙烯微粒加入到溶剂中溶胀,升温至60~80℃后加入浓硫酸,反应1~20h,清洗干净后得到聚苯乙烯微球树脂。

4. 根据权利要求1所述的利用功能性高分子树脂提取树莓苷的方法,其特征在于,所述步骤(1)中的去离子水冲洗色谱柱的速度为每小时1-4柱体积。

5. 根据权利要求1所述的利用功能性高分子树脂提取树莓苷的方法,其特征在于,所述步骤(2)中的树莓苷溶液的浓度为2%-50%。

6. 根据权利要求1所述的利用功能性高分子树脂提取树莓苷的方法,其特征在于,所述的步骤(3)中的树莓苷溶液流经色谱柱的速度为每小时1-4倍柱体积,所述步骤(3)中的色谱柱中树脂和树莓苷溶液的体积比为100:1~4。

7. 根据权利要求1所述的利用功能性高分子树脂提取树莓苷的方法,其特征在于,所述的步骤(5)中的洗脱液速度为每小时1-8倍柱体积。

一种利用功能性高分子树脂提取树莓苷的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及天然化学领域,具体涉及一种利用功能性高分子树脂提取树莓苷的方法。

背景技术

[0002] 红树莓为蔷薇科悬钩子属植物,是一种生长较为广阔的落叶灌木,一般生长于山林、湿地及丛林灌木中。树莓中含有丰富的氨基酸,大量的超氧化物歧化酶,及酶类自由基清除剂、维生素E、鞣花酸和树莓苷等。而维生素E具有抗衰老的作用,鞣花酸具有抗癌作用,其中树莓苷可作为新型的美白调理剂,具有有效阻碍酪氨酸酶的作用,还可抑制黑色素的形成,并且是有效的一氧化氮捕捉剂。

[0003] 而目前提取树莓苷的主要方法是从树莓粗提物中,采用重结晶的方法提取高纯度的树莓苷。公开号为CN107417696A的中国专利提供一种从树莓鲜果中提取树莓苷和鞣花酸的方法,包括新鲜树莓果实经水提、醇提、大孔树脂吸附、分步洗脱、浓缩结晶制得树莓苷和鞣花酸纯品。该发明方法虽然操作简单、提高了树莓苷和鞣花酸的产率,但此过程中必须使用大量的有机溶剂乙醇、重结晶之前必须先进行浓缩,则必然产生大量的有机废液,而且为得到高纯度的树莓苷则重结晶过程必须进行多次,过程繁琐且能耗较大,不利于进行工业化生产。

发明内容

[0004] 因此,本发明要解决的技术问题在于克服现有技术中的树莓苷提取需要使用大量有机溶剂、工艺繁琐的缺陷,从而提供一种利用功能性高分子树脂提取树莓苷的方法,通过简单、环保的提取工艺,提高了树莓苷的提取效率。

[0005] 为此,本发明提供了一种利用功能性高分子树脂提取树莓苷的方法,包括如下步骤:

[0006] (1) 色谱柱装柱、冲洗:将功能性高分子树脂分散于水中,形成浆液,将浆液转移至色谱柱中,去离子水冲洗压实色谱柱床并浸泡,去离子水冲洗至流出液无异味;

[0007] (2) 树莓苷溶液的制备:取树莓苷粗品并用超纯水稀释,制成树莓苷溶液;

[0008] (3) 上样:将步骤(2)得到的树莓苷溶液连续流过色谱柱;

[0009] (4) 平衡:上样结束后,用超声水冲洗色谱柱;

[0010] (5) 洗脱:色谱柱平衡结束后,以去离子水为洗脱液,分开收集流出液,检测纯度;将纯度合格的收集液合并,得到收集液;

[0011] (6) 浓缩:将收集液浓缩,烘干,得到所需树莓苷。

[0012] 优选地,所述功能性高分子树脂为聚苯乙烯微球树脂。

[0013] 优选地,所述聚苯乙烯微球树脂的制备包括如下步骤:

[0014] 将聚苯乙烯微粒加入到溶剂中溶胀,升温至60~80℃后加入浓硫酸,反应1~20h,清洗干净后得到聚苯乙烯微球树脂。

- [0015] 优选地,所述步骤(1)中的去离子水冲洗色谱柱的速度为每小时1-4柱体积。
- [0016] 优选地,所述步骤(2)中的树莓苷溶液的浓度为2%-50%。
- [0017] 优选地,所述的步骤(3)中的树莓苷溶液流经色谱柱的速度为每小时1-4倍柱体积,所述步骤(3)中的色谱柱中树脂和树莓苷溶液的体积比为100:1~4。
- [0018] 优选地,所述的步骤(5)中的洗脱液速度为每小时1-8倍柱体积。
- [0019] 本发明技术方案,具有如下优点:
- [0020] 本发明提供的利用功能性高分子树脂提取树莓苷的方法,通过以功能性高分子树脂为填料,以去离子水上样,并用纯水洗脱,可以实现树莓苷纯度的有效提升,具有效率高、成本低的特点,同时该提取方法避免使用大量的乙醇重结晶液,绿色环保,易实现产业化。

具体实施方式

[0021] 提供下述实施例是为了更好地进一步理解本发明,并不局限于所述最佳实施方式,不对本发明的内容和保护范围构成限制,任何人在本发明的启示下或是将本发明与其他现有技术的特征进行组合而得出的任何与本发明相同或相近似的产物,均落在本发明的保护范围之内。

[0022] 实施例中未注明具体实验步骤或条件者,按照本领域内的文献所描述的常规实验步骤的操作或条件即可进行。所用试剂或仪器未注明生产厂商者,均为可以通过市购获得的常规试剂产品。

[0023] 实施例1

[0024] 将10g聚苯乙烯微粒加入到60mL二氯乙烷中,在60℃下溶胀0.5h,升温至70℃后,滴加100mL浓硫酸,升温至80℃后反应3h后,降温至室温,抽滤,倒入400mL烧杯中,用冷水浴冷却,加入浓度为25%的硫酸50mL,在搅拌下逐滴滴加蒸馏水150mL进行稀释,温度不超过35℃。放置0.5h后,再加入水稀释,过滤,用20mL丙酮洗涤两次以除去二氯乙烷,最后用水洗涤到滤液为中性,即可得到聚苯乙烯微球树脂。

[0025] 采用50×440mm玻璃柱,将聚苯乙烯微球树脂为分离介质,装柱体积863.5mL,用2倍柱体积的去离子水溶液冲洗色谱柱并浸泡1h后,用速度为每小时3柱体积的去离子水冲洗色谱柱。

[0026] 样品准备:称取树莓苷粗品80g,用超纯水稀释至20%的浓度。

[0027] 以每小时2倍柱体积的流速连续上样,色谱柱中聚苯乙烯微球树脂和树莓苷溶液的体积比为100:4。上样结束后,用去离子水平衡1倍柱体积;然后继续以去离子水溶液为洗脱液,每小时3倍柱体积的速度洗脱,根据UV检测情况分管收集。将纯度合格的收集液合并,就行浓缩,烘干可得到57.6g的树莓苷纯品。

[0028] 实施例2

[0029] 聚苯乙烯微球树脂的制备同上述实施例1。

[0030] 采用26×300mm玻璃柱,将聚苯乙烯微球树脂为分离介质,装柱体积159.5mL,用1倍柱体积的去离子水溶液冲洗色谱柱并浸泡2h后,用速度为每小时2柱体积的去离子水冲洗色谱柱。

[0031] 样品准备:称取树莓苷粗品12.5g,用超纯水稀释至20%的浓度;

[0032] 以每小时2倍柱体积的流速连续上样,色谱柱中聚苯乙烯微球树脂和树莓苷溶液

的体积比为100:2。上样结束后,用去离子水平衡1倍柱体积;然后继续以去离子水溶液为洗脱液,每小时2倍柱体积的速度洗脱,根据UV检测情况分管收集。将纯度合格的收集液合并,就行浓缩,烘干可得到8.75g的树莓苷纯品。

[0033] 实施例3

[0034] 聚苯乙烯微球树脂的制备同上述实施例1。

[0035] 采用16×100mm玻璃柱,将聚苯乙烯微球树脂为分离介质,装柱体积20.1mL,用3倍柱体积的去离子水溶液冲洗色谱柱并浸泡1h后,用速度为每小时2柱体积的去离子水冲洗色谱柱。

[0036] 样品准备:称取树莓苷粗品2.3g,用超纯水稀释至20%的浓度。

[0037] 以每小时2倍柱体积的流速连续上样,色谱柱中聚苯乙烯微球树脂和树莓苷溶液的体积比为100:1。上样结束后,用去离子水平衡1倍柱体积;然后继续以去离子水溶液为洗脱液,每小时2倍柱体积的速度洗脱,根据UV检测情况分管收集。将纯度合格的收集液合并,就行浓缩,烘干可得到1.61g的树莓苷纯品。

[0038] 实施例4

[0039] 将10g聚苯乙烯微粒加入到60mL二氯乙烷中,在60℃下溶胀0.5h,滴加100mL浓硫酸,升温至80℃后反应3h后,降温至室温,抽滤,倒入400mL烧杯中,用冷水浴冷却,加入浓度为30%的硫酸50mL,在搅拌下逐滴滴加蒸馏水150mL进行稀释,温度不超过35℃。放置0.5h后,再加入水稀释,过滤,用20mL丙酮洗涤两次以除去二氯乙烷,最后用水洗涤到滤液为中性,即可得到聚苯乙烯微球树脂。

[0040] 采用50×440mm玻璃柱,将聚苯乙烯微球树脂为分离介质,装柱体积863.5mL,用2倍柱体积的去离子水溶液冲洗色谱柱并浸泡2h后,用速度为每小时1柱体积的去离子水冲洗色谱柱。

[0041] 样品准备:称取树莓苷粗品80g,用超纯水稀释至2%的浓度。

[0042] 以每小时1倍柱体积的流速连续上样,色谱柱中聚苯乙烯微球树脂和树莓苷溶液的体积比为100:1。上样结束后,用去离子水平衡1倍柱体积;然后继续以去离子水溶液为洗脱液,每小时1倍柱体积的速度洗脱,根据UV检测情况分管收集。将纯度合格的收集液合并,就行浓缩,烘干可得到55.6g的树莓苷纯品。

[0043] 实施例5

[0044] 将10g聚苯乙烯微粒加入到60mL二氯乙烷中,在60℃下溶胀0.5h,升温至70℃后,滴加100mL浓硫酸,升温至80℃后反应3h后,降温至室温,抽滤,倒入400mL烧杯中,用冷水浴冷却,加入浓度为25%的硫酸50mL,在搅拌下逐滴滴加蒸馏水150mL进行稀释,温度不超过35℃。放置0.5h后,再加入水稀释,过滤,用20mL丙酮洗涤两次以除去二氯乙烷,最后用水洗涤到滤液为中性,即可得到聚苯乙烯微球树脂。

[0045] 采用50×440mm玻璃柱,将聚苯乙烯微球树脂为分离介质,装柱体积863.5mL,用2倍柱体积的去离子水溶液冲洗色谱柱并浸泡1h后,用速度为每小时4柱体积的去离子水冲洗色谱柱。

[0046] 样品准备:称取树莓苷粗品80g,用超纯水稀释至50%的浓度。

[0047] 以每小时4倍柱体积的流速连续上样,色谱柱中聚苯乙烯微球树脂和树莓苷溶液的体积比为100:4。上样结束后,用去离子水平衡1倍柱体积;然后继续以去离子水溶液为洗

脱液,每小时8倍柱体积的速度洗脱,根据UV检测情况分管收集。将纯度合格的收集液合并,就行浓缩,烘干可得到56.2g的树莓苷纯品。

[0048] 显然,上述实施例仅仅是为清楚地说明所作的举例,而并非对实施方式的限定。对于所属领域的普通技术人员来说,在上述说明的基础上还可以做出其它不同形式的变化或变动。这里无需也无法对所有的实施方式予以穷举。而由此所引伸出的显而易见的变化或变动仍处于本发明创造的保护范围之内。