



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103396295 B

(45) 授权公告日 2015. 12. 02

(21) 申请号 201310343017. 2

(22) 申请日 2013. 07. 31

(73) 专利权人 王喜军

地址 711300 陕西省咸阳市旬邑县城滨湖小区 5 号楼 2 单元 4 层西户

(72) 发明人 王喜军

(51) Int. Cl.

C07C 39/21(2006. 01)

C07C 37/68(2006. 01)

C07C 37/88(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101338327 A, 2009. 01. 07, 权利要求 1.

CN 101348805 A, 2009. 01. 21, 权利要求 1-3.

CN 101948370 A, 2011. 01. 19, 说明书第

[0004] 段.

CN 1724495 A, 2006. 01. 25, 全文.

JP 2005281179 A, 2005. 10. 13, 全文.

Husam Ghanim 等. An Antiinflammatory and Reactive Oxygen Species An Antiinflammatory and Reactive Oxygen Species Cuspidatum Containing Resveratrol. 《J Clin Endocrinol Metab》. 2010, 第 95 卷 (第 9 期), 第 E1-E8 页.

审查员 陈东旭

权利要求书 1 页 说明书 4 页

(54) 发明名称

一种从虎杖中提取白藜芦醇成分的方法

(57) 摘要

本发明提供一种从虎杖中提取白藜芦醇成分的方法, 采用经酶解发酵处理好的原料, 可为虎杖、花生根茎、葡萄的枝叶、桑叶等植物作为原料。按照原料比重添加超氧化物歧化酶后加入 80% 浓度的乙醇溶剂进行提取、提取液合并后真空浓缩并完收乙醇, 浓缩液加入壳聚糖饱和溶液, 以沉淀的方式析出提取物, 加入 20 倍析出物重量 40% 的乙醇溶剂对析出物进行溶解并过滤、过滤液浓缩后加入壳聚糖溶液, 常温下静置离心分离得到固体的析出物。再次加入 20 倍析出物重量 40% 的乙醇溶剂对析出物进行溶解并过滤、过滤液浓缩后加入壳聚糖溶液, 常温下静置离心分离得到固体的析出物, 纯净水洗涤至洗涤液无色素成分状态下, 经真空干燥后粉碎既得 50% -65% 的产品; 其与现有的生产方法相比, 可提高收率 30% 以上。

1. 一种从虎杖中提取白藜芦醇成分的方法,其特征在于:

(1)、将经酶解处理好的原材料,加入 5 倍重量 80%浓度的乙醇溶剂进行提取,其温度控制在 45-65℃度,每次 2 小时,共提取 4 次;

(2)、将上述得到的提取液合并后,温度控制在 60℃以下,进行真空浓缩并完全回收乙醇,浓缩液按照原料重 5%的比例加入壳聚糖饱和溶液,静置 12 小时,在常温下提取物以沉淀的方式析出,待析出完全后过滤,截取固体沉淀部分;

(3)、固体沉淀物中,加入 20 倍析出物重量的醇度为 40%的乙醇溶剂,对析出物进行溶解并过滤、不溶物弃去,然后将过滤液温度控制在 60℃真空状态下,浓缩至无乙醇成分后,加入按原料重 5%比例的壳聚糖饱和溶液,于常温下静置 12 小时,离心分离得到固体的析出物;

(4)、再次加入 20 倍析出物重量的醇度为 40%的乙醇溶剂,对析出物进行溶解并过滤、不溶物弃去,然后将过滤液温度控制在加热 60℃真空状态下,浓缩至无乙醇成分后,加入原料重 5%比例的壳聚糖饱和溶液,于常温下静置 12 小时,离心分离得到固体的析出物,对得到固体的析出物用纯净水洗涤至洗涤液无色素成分状态;

(5)、洗涤后的析出物经真空干燥后粉碎既得 50% -65%的产品。

一种从虎杖中提取白藜芦醇成分的方法

一、技术领域

[0001] 本发明涉及一种从虎杖中提取白藜芦醇成分的方法。也适用于从花生根茎,葡萄的枝叶,桑叶等植物作为原料提取白藜芦醇。属于生物技术领域。

二、背景技术

[0002] 白藜芦醇是一种天然的抗氧化剂,可降低血液的粘稠度,抑制血小板的非正常凝结,预防心急硬塞、脑栓塞、肝脏损伤,对缺血性心脏有保护作用 and 动脉血管的舒张保持血液畅通及改善微循环,可预防癌症的发生及发展,具有抗动脉粥样硬化和冠心病,缺血性心脏病、老年痴呆症、病毒性肝炎、胃溃疡和提升伤口治疗中的免疫系统活性,及抑制肿瘤的作用。

[0003] 目前白藜芦醇的制备分为化学合成法,植物细胞培养,微波提取,超声波提取和溶剂提取法等五大类;化学合成法和植物细胞培养法工艺条件苛刻、复杂,收率低,难以工业化实施;超声波法和微波法虽有增加收率的作用但是在此工艺中,由于产品的特殊性极易成产品氧化,不适宜、也难以实施,使用最为广泛的还是植物提取方法。

[0004] 现在运用于生产方法主要分为两种工艺;一种是醇提取,然后乙酸乙酯萃取,再用醇反萃取,过滤浓缩,干燥得到产品。另一种是直接乙醇提取,然后醇反萃取,过滤浓缩,干燥得到产品。这些现行的技术均存在工时长、所用设备较多、溶剂损耗大、收率不高、生产消耗大、成本高等共同的缺点;更为重要的是以上方法无法排除(阻止)提取过程中因受热充分,使存留在原料当中的酶制剂加速分解而造成收率低下的损失。

三、发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种从虎杖中提取白藜芦醇成分的方法,其使用单一溶剂提取,工艺简单,高效,低成本,生产流程短,收率高的生产方法。

[0006] 为了实现本发明的目的,本发明采用以下技术方案实施:

[0007] (1)、将经酶解处理好的原材料添加原料重 1% 的超氧化物歧化酶,加入 5 倍重量 80% 浓度的乙醇溶剂进行提取,其温度控制在 45—65℃ 度,每次 2 小时,共提取 4 次;

[0008] (2)、将上述得到的提取液合并后,温度控制在 55—60℃ 以下,进行真空浓缩并完全回收乙醇,浓缩液按照原料重 5% 的比例加入壳聚糖饱和溶液,静置 8—12 小时,在常温下提取物以沉淀的方式析出,待析出完全后过滤,截取固体沉淀部分;

[0009] (3)、固体沉淀物中,加入 20 倍析出物重量的醇度为 40—45% 的乙醇溶剂,对析出物进行溶解并过滤、不溶物弃去,然后将过滤液温度控制在 55—60℃ 真空状态下,浓缩至无乙醇成分后,加入按原料重 5% 比例的壳聚糖饱和溶液,于常温下静置 8—12 小时,离心分离得到固体的析出物;

[0010] (4)、再次加入 20 倍析出物重量的醇度为 40—45% 的乙醇溶剂,对析出物进行溶解并过滤、不溶物弃去,然后将过滤液温度控制在加热 55—60℃ 真空状态下,浓缩至无乙醇成分后,加入原料重 5% 比例的壳聚糖饱和溶液,于常温下静置 8—12 小时,离心分离得到

固体的析出物,对得到固体的析出物用纯净水洗涤至洗涤液无色素成分状态;

[0011] (5)、洗涤后的析出物经真空干燥后粉碎既得 50% -65%的产品。

[0012] 所述的一种从虎杖中提取白藜芦醇成分的方法,添加原料重 1%的超氧化物歧化酶阻止生产过程中存在于原料植物中用于分解白藜芦醇甙的酶失去活性不再发生过度酶分解;从而保护了提取过程中白藜芦醇成分的损失

[0013] 所述的一种从虎杖中提取白藜芦醇成分的方法,采用 5%的壳聚糖饱和溶液快速引导浓缩液中产品的析出。

[0014] 本发明一种从虎杖中提取白藜芦醇成分的方法,其通过工艺放大实测;其一、在提取工艺中添加了可抑制继续酶解反应的脱酶剂‘超氧化物歧化酶’在提取过程中存在于原料植物中用于分解白藜芦醇甙的酶失去活性不再发生过度酶分解;从而保护了提取过程中白藜芦醇成分的损失较现行行业(企业)可提高收率 30%以上;同时降低了产品中因酶解产生的有害自由基的含量;其二、采用 40%含量的乙醇溶剂配合壳聚糖溶液加快由溶剂项转为水相溶液中的白藜芦醇以固体形态快速的由浑浊液中沉淀并完全析出。改变传统工艺方式中的 2-4 天的自然析出产品环节为 12 小时内完成;其三、产品中大黄素含量不足 0.7%远远低于行业 2.8%的企业标准;蒽醌杂质含量不到传统工艺的 1/10。

[0015] 本发明添加原料重 1%的超氧化物歧化酶阻止并保护在提取过程中的过度分解所造成的损失和降低了产品中因酶解产生的有害自由基的含量;采用添加 5%的壳聚糖饱和溶液引导浓缩液快速析出。超氧化物歧化酶和壳聚糖均不含毒性成分添加在工艺中不会造成不必要的伤害。

[0016] 本发明中所指的是含白藜芦醇成分的虎杖,花生根茎,葡萄的枝叶,桑叶等植物作为原料,特指虎杖;本发明按原料重比例加入的超氧化物歧化酶是不溶解状态下的形态、壳聚糖是指在溶解在水中的饱和溶液。由于行业产品的纯度通常是 50%的含量规格不是很高,包含占产品一半的可溶性杂质因此工艺采用添加壳聚糖溶液作为引导的沉淀剂加快了工艺生产过程并相应缩短工时。

[0017] 本发明提供的一种从虎杖中提取白藜芦醇成分的方法,其与现有的生产方法相比,可提高收率 30%以上。

五、具体实施方式

[0018] 下面结合实施例来对本发明作进一步说细描述。

[0019] 本发明采用的工艺步骤是通过平行试验优化所得,并采用垂直放大的方式实施;

[0020] 实施例 1:

[0021] 取经过酶解后经---检测白藜芦醇含量为 1.4%的虎杖原料 1 公斤(排除含水率)添加 1 克超氧化物歧化酶同时加入 5 升 80%浓度乙醇溶剂,加热温度控制在 50℃回流提取 2 小时,过滤出提取液后,再加入 5 升的乙醇提取 2 小时,如此 4 次,将各批次得到的提取液合并控制温度在 60℃进行真空浓缩回收乙醇,浓缩后的提取液按原料重 5%的比例加入壳聚糖饱和溶液,静置 10 小时在常温下析出,待析出完全后过滤;

[0022] 截取固体沉淀部分加入 20 倍于析出物的质量浓度为 40%的乙醇溶剂对得到的析出物进行重复溶解并过滤,不溶物弃去,过滤液加热温度控制 60℃真空状态下浓缩至无乙醇成分后加入原料重 2%比例的壳聚糖饱和溶液,于常温下静置 10 小时析出。离心分离得

到固体的析出物；

[0023] 再次加入 20 倍析出物重量的醇度为 40% 的乙醇溶剂对析出物进行溶解并过滤、不溶物弃去,然后将过滤液温度控制在加热 60℃ 真空状态下浓缩至无乙醇成分后加入原料重 5% 比例的壳聚糖饱和溶液,于常温下静置 10 小时,离心分离得到固体的提取物析出。用纯净水洗涤至洗涤液无色素成分状态下。

[0024] 洗涤后的析出物经真空干燥后粉碎得 57% 的产品 23 克,收率 93.6%。

[0025] 实施例 2:

[0026] 取发酵后经检测白藜芦醇含量为 1.4% 的虎杖原料 10 公斤(排除含水率)添加 10 克超氧化物歧化酶同时加入 50 升 80% 浓度乙醇溶剂,加热温度控制在 50℃ 回流提取 2 小时,过滤出提取液后,再加入 5 升的乙醇提取 2 小时,如此 4 次,将各批次得到的提取液合并控制温度在 60℃ 进行真空浓缩回收乙醇,浓缩后的提取液按原料重 5% 的比例加入壳聚糖饱和溶液,静置 12 小时在常温下析出,待析出完全后过滤。

[0027] 截取固体沉淀部分加入 20 倍于析出物的质量浓度为 40% 的乙醇溶剂对得到的析出物进行重复溶解并过滤,不溶物弃去,过滤液加热温度控制 60℃ 真空状态下浓缩至无乙醇成分后加入原料重 2% 比例的壳聚糖饱和溶液,于常温下静置 12 小时析出。离心分离得到固体的析出物。

[0028] 再次加入 20 倍析出物重量的醇度为 40% 的乙醇溶剂对析出物进行溶解并过滤、不溶物弃去,然后将过滤液温度控制在加热 60℃ 真空状态下浓缩至无乙醇成分后加入原料重 5% 比例的壳聚糖饱和溶液,于常温下静置 12 小时,离心分离得到固体的提取物析出。用纯净水洗涤至洗涤液无色素成分状态下。

[0029] 洗涤后的析出物经真空干燥后粉碎得 55% 的产品 238 克,收率 93.5%。

[0030] 实施例 3:

[0031] 取发酵后经检测白藜芦醇含量为 1.4% 的虎杖原料 100 公斤(排除含水率)添加 100 克超氧化物歧化酶同时加入 500 升 80% 浓度乙醇溶剂,加热温度控制在 50℃ 回流提取 2 小时,过滤出提取液后,再加入 5 升的乙醇提取 2 小时,如此 4 次,将各批次得到的提取液合并控制温度在 60℃ 进行真空浓缩回收乙醇,浓缩后的提取液按原料重 5% 的比例加入壳聚糖饱和溶液,静置 12 小时在常温下析出,待析出完全后过滤。

[0032] 截取固体沉淀部分加入 20 倍于析出物的质量浓度为 40% 的乙醇溶剂对得到的析出物进行重复溶解并过滤,不溶物弃去,过滤液加热温度控制 60℃ 真空状态下浓缩至无乙醇成分后加入原料重 2% 比例的壳聚饱和糖溶液,于常温下静置 12 小时析出。离心分离得到固体的析出物。

[0033] 再次加入 20 倍析出物重量的醇度为 40% 的乙醇溶剂对析出物进行溶解并过滤、不溶物弃去,然后将过滤液温度控制在加热 60℃ 真空状态下浓缩至无乙醇成分后加入原料重 5% 比例的壳聚糖饱和溶液,于常温下静置 12 小时,离心分离得到固体的提取物析出。用纯净水洗涤至洗涤液无色素成分状态下。

[0034] 洗涤后的析出物经真空干燥后粉碎得 54% 的产品 2.4 公斤,收率 92.5%。

[0035] 实施例 4:

[0036] 取发酵后经检测白藜芦醇含量为 1.4% 的虎杖原料 500 公斤(排除含水率)添加 0.5 公斤超氧化物歧化酶同时加入 2500 升 80% 浓度乙醇溶剂,加热温度控制在 50℃ 回流提

取 2 小时, 过滤出提取液后, 再加入 5 升的乙醇提取 2 小时, 如此 4 次, 将各批次得到的提取液合并控制温度在 60℃ 进行真空浓缩回收乙醇, 浓缩后的提取液按原料重 5% 的比例加入壳聚糖饱和溶液, 静置 12 小时在常温下析出, 待析出完全后过滤。

[0037] 截取固体沉淀部分加入 20 倍于析出物的质量浓度为 40% 的乙醇溶剂对得到的析出物进行重复溶解并过滤, 不溶物弃去, 过滤液加热温度控制 60℃ 真空状态下浓缩至无乙醇成分后加入原料重 2% 比例的壳聚糖溶液, 于常温下静置 12 小时析出。离心分离得到固体的析出物。

[0038] 再次加入 20 倍析出物重量的醇度为 40% 的乙醇溶剂对析出物进行溶解并过滤、不溶物弃去, 然后将过滤液温度控制在加热 60℃ 真空状态下浓缩至无乙醇成分后加入原料重 5% 比例的壳聚糖饱和溶液, 于常温下静置 12 小时, 离心分离得到固体的提取物析出。用纯净水洗涤至洗涤液无色素成分状态下。

[0039] 洗涤后的析出物经真空干燥后粉碎得 55% 的产品 11.5 公斤, 收率 90.4%。