

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C07H 17/07

C07H 1/08



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 01136607.9

[43] 公开日 2003 年 4 月 30 日

[11] 公开号 CN 1414005A

[22] 申请日 2001.10.22 [21] 申请号 01136607.9

[71] 申请人 张敏红

地址 100094 北京市海淀区马连洼圆明园西
路 2 号中国农科院畜牧研究所

[72] 发明人 张敏红

权利要求书 1 页 说明书 2 页

[54] 发明名称 黄酮醇甙提取工艺

[57] 摘要

本发明涉及植物源黄酮醇甙的提取工艺。本发明黄酮醇甙的提取工艺为：用一定浓度乙醇溶液作为提取溶剂，对植物材料粗提取；再利用絮凝剂沉降和调节 pH 值对提取液进行上柱吸附前的预处理；最后利用混合树脂吸附，水—乙醇溶液洗脱，浓缩、干燥得到黄酮醇甙固体产物。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

- 1、本发明涉及的黄酮醇甙是从天然植物材料内提取的混合物。
- 2、黄酮醇甙提取工艺包含以下步骤：植物材料前处理；溶剂提取；纯化处理，包括絮凝反应、pH 沉降和树脂吸附；浓缩、干燥提取液得到黄酮醇甙固体产物。
- 3、根据权利要求 2，该工艺包含将植物材料干燥，粉碎过程。
- 4、根据权利要求 2，该工艺包含将经过前处理的植物材料用溶剂加热回流提取。
- 5、根据权利要求 4，回流提取的溶剂为浓度是 40-60%的乙醇溶液。
- 6、根据权利要求 2，该工艺包含将植物提取液进行三步纯化处理。
- 7、根据权利要求 6，纯化处理第一步为加入絮凝剂，产生沉淀后离心过滤，保留滤液。
- 8、根据权利要求 6，纯化处理第二步为加入浓度为 0.5mol/L 的氢氧化钠溶液，调节经过第一步纯化的滤液 pH 值至 8.5-9.0，产生沉淀后离心过滤，保留滤液，并加入浓度为 0.5mol/L 的盐酸溶液调节 pH 值 6.0-7.0。
- 9、根据权利要求 6，纯化处理第三步为利用体积比为 1：1 的 D101 树脂和聚酰胺树脂对滤液进行吸附，再用水-乙醇溶液洗涤、解吸附，得到纯化提取溶液。
- 10、根据权利要求 9，树脂吸附步骤所用溶液为水和浓度为 15-25%和 70%的乙醇溶液。

黄酮醇甙提取工艺

发明背景

生物类黄酮(bioflavonoids)是自然界中存在的酚类物质,亦称维生素 P,常与维生素 C 并存,属植物次级代谢产物。类黄酮化合物分为黄酮及黄酮甙、黄酮醇及黄酮醇甙、查耳酮、噢口弄 橙酮类、花色素和花色甙、黄烷醇、双氢黄酮、双氢黄酮醇、碳-甙黄酮、双黄酮及二聚黄酮、异黄酮、异黄烷酮、口山 酮类或称苯并色原酮和新黄酮十四大类。类黄酮化合物在植物界分布很普遍,目前已发现的天然黄酮有 2000 多种,以黄酮醇类最为常见。

类黄酮化合物是自然界药用植物中主要活性成分之一,具有调节血脂、消除氧自由基、抗氧化、抗肿瘤、抗病毒等广谱的生理活性;因此生物类黄酮已引起国内外学者的广泛关注,成为国内外研究开发的热点课题。

从天然植物中提取主要药用成分-黄酮醇类化合物,对进一步研究其生理学功能具有重要意义。

发明详细说明

本发明中黄酮醇甙分析方法采用九十年代由瑞士 A.Hasler O.、sticher 和 B.Meier 提出的 HPLC 测定方法:样品水解后用 RP-HPLC-UV 检测,测定槲皮素、山奈酚和异鼠李素含量,然后换算成相应的甙类含量。

本发明黄酮醇甙提取工艺包含以下步骤:植物材料前处理;溶剂提取;纯化处理,包括絮凝反应、pH 沉降和树脂吸附。

植物材料前处理主要是将提取用植物组织 40℃低温烘干,不破坏有效成分;然后机械粉碎,以待提取。

溶剂提取是将粉碎好的植物材料,用低浓度乙醇溶液(40-60%)加热回流 2-3 小时,提取三次,合并提取液。回收乙醇,浓缩液用水稀释。

粗提液还需经过纯化处理,以除去杂质。

首先将絮凝剂(用量约为提取液体积的 1/8)加入到提取液中,搅拌,产生

大量絮状沉淀。离心过滤，滤液为澄清透明液体。

然后，用 0.5mol/L 氢氧化钠溶液，调节上述澄清液 pH 值至 8.5-9.0，产生絮状沉淀。离心过滤，滤液用 0.5mol/L 盐酸溶液调节 pH 值至 6-7。

最后，用树脂吸附。取体积为提取液体积 1/3 的 D101 树脂和聚酰胺树脂 (1:1)，混匀装柱。将经过絮凝、pH 处理的澄清液，上混合固定床。以 3-4 倍柱体积的水洗，以 2-3 倍体积的 15-25%乙醇洗，然后以 70%乙醇解吸。再经浓缩、干燥得到黄酮醇甙固体产物。

树脂再生可选用 0.4-0.5mol/L 氢氧化钠和盐酸溶液分别对混合树脂进行酸碱处理，最后以水冲洗至中性。

本发明黄酮醇甙提取工艺与以往方法比较，具有工艺相对简单，溶剂损失小，提取液进行预处理纯化后，再树脂吸附，可使其更好再生，延长使用寿命等特点。同时，通过对以前所常用的提取溶剂丙酮-水、乙醇-水和水等进行筛选，优选出 40-60%乙醇作为溶剂提取，所得产品有害成分少，黄酮醇甙提取率在 90%以上。