



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101744886 B

(45) 授权公告日 2012. 07. 04

(21) 申请号 201010119871. 7

A61K 131/00(2006. 01)

(22) 申请日 2010. 02. 24

审查员 吴立坤

(73) 专利权人 哈尔滨仁皇药业股份有限公司

地址 150300 黑龙江省哈尔滨市阿城区仁皇路 16 号

(72) 发明人 于喜水 孟庆杰

(74) 专利代理机构 北京科龙寰宇知识产权代理有限公司 11139

代理人 孙皓晨 费碧华

(51) Int. Cl.

A61K 36/57(2006. 01)

A61P 1/16(2006. 01)

A61P 25/00(2006. 01)

A61P 31/18(2006. 01)

A61P 39/06(2006. 01)

A61P 35/00(2006. 01)

A61P 9/12(2006. 01)

A61P 25/20(2006. 01)

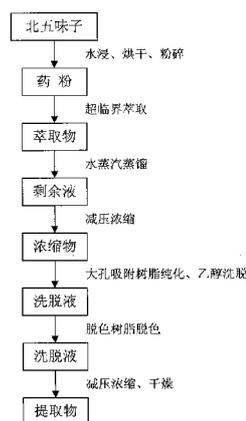
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种高纯度五味子总木脂素的提取方法

(57) 摘要

本发明公开了一种高纯度五味子总木脂素的提取方法,包括以下步骤:(1) 将五味子果实用水浸泡;浸泡后的五味子果实过滤,滤渣烘干粉碎,备用;(2) 粉碎后的滤渣采用超临界 CO₂ 的方法进行萃取,得到的萃取物用水蒸汽蒸馏后减压浓缩,浓缩物备用;(3) 将浓缩物纯化,即得。本发明提取方法具有提取工艺简单,提取的总木脂素纯度高,杂质去除彻底等优点,可从五味子果实中提取得到总木脂素含量在 50% 以上的提取物。



1. 一种高纯度五味子总木脂素的提取方法,包括以下步骤:

(1) 将五味子果实用水浸泡 24 小时,按 g/mL 计,果实与水的料液比为 1 : 6 ;浸泡后的五味子果实过滤,滤渣烘干粉碎,备用 ;(2) 将粉碎后的滤渣采用超临界 CO₂ 的方法进行萃取,超临界 CO₂ 萃取法在以下条件下进行 :萃取压力为 35MPa、萃取温度为 50℃, CO₂ 流速为 12Kg/h,动态萃取 2 小时 ;得到的萃取物用 120℃水蒸汽蒸馏 1 小时,水蒸汽蒸馏后减压浓缩,浓缩物备用 ;(3) 将浓缩物纯化,将浓缩物经大孔吸附树脂吸附,先采用浓度为 20% 的乙醇洗脱去除部分脂肪油,之后采用浓度 95% 的乙醇洗脱,所得洗脱液再经脱色树脂脱色,去除剩余色素,洗脱液浓缩、干燥,即得。

一种高纯度五味子总木脂素的提取方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种植物果实中有效成分的提取方法,尤其涉及一种高纯度五味子总木脂素的提取方法,属于五味子有效成分的提取领域。

背景技术

[0002] 北五味子 (*Schisandra chinensis*(Turcz.)Ball. 为木兰科多年生落叶木质藤本植物的干燥成熟果实,其用药历史悠久,始载于《神农本草经》,被列为上品,具有收敛固涩、益气生津、补肾宁心之功效。近代研究证明,五味子中木脂素除具有保肝降酶作用外,还具有中枢神经抑制、抗 HIV 病毒、抗氧化、抗癌、调节血压和安定等多种作用,是一种地道的北方名贵中药材。目前市面上销售的含五味子木质素的中成药有单方和复方,品种繁多,但均为粗制剂,有效成分含量低,服用量较大,且由于大量非活性物质的存在导致一些不良反应的发生。

[0003] 目前常见的提取五味子活性成分木脂素的方法有溶剂提取法、微波萃取法和超临界流体萃取法等几种主要的提取方法。

[0004] 溶剂提取法主要是采用水、乙醇、丙酮、石油醚和氯仿等作为提取溶剂,通过回流、浸渍、渗漉等方法进行提取。该法提取时间长、能源消耗大,且工艺较为繁琐。超声波提取法虽具有萃取时间短、溶剂用量少、提取成本低等优点,但仍存在有机溶剂残留。

发明内容

[0005] 本发明所要解决的技术问题是克服现有技术的不足,提供一种高纯度五味子总木脂素的提取方法,该提取方法具有提取工艺简单,提取的总木脂素纯度高,杂质去除彻底等优点。

[0006] 本发明所要解决的技术问题是通过以下技术方案来实现的:

[0007] 一种高纯度五味子总木脂素的提取方法,包括以下步骤:

[0008] (1) 将五味子果实用水浸泡;浸泡后的五味子果实过滤,滤渣烘干粉碎,备用;(2) 将粉碎后的滤渣用超临界 CO₂ 的方法进行萃取,得到的萃取物用水蒸汽蒸馏后减压浓缩,浓缩物备用;(3) 将浓缩物纯化,即得高纯度的五味子总木脂素。

[0009] 为了达到更好的提取效果,优选的,步骤(1)中将五味子果实在水中静态浸泡 18~24 小时,果实与水的料液比为 1:6~1:10(w/v, g/mL);本发明将五味子果实用水浸泡,再过滤,滤液中含有色素、维生素和有机酸等水溶性成分,这样就可除去五味子果实中的水溶性杂质。

[0010] 步骤(2)中所述的超临界 CO₂ 萃取法优选在以下条件下进行:萃取压力为 25~35MPa、萃取温度为 30~50℃,CO₂ 流速为 12Kg/h,动态萃取 1~2 小时;步骤(2)中所述的水蒸汽蒸馏优选为在水蒸汽温度为 100~120℃ 的温度下蒸馏 1~8 小时;

[0011] 超临界流体萃取法与溶剂提取法和微波萃取法相比,是采用无毒、不易燃易爆、价廉的 CO₂ 作为萃取剂,具有无有机溶剂残留,大大简化了工艺,避免较长时间加热等因素对

有效成分造成的损失,同时具有提取设备简单、时间短、操作容易、有效成分提取率高、含杂质少等特点。

[0012] 优选的,步骤(3)中所述纯化包括:将浓缩物经大孔吸附树脂吸附,用乙醇洗脱,洗脱液再经脱色树脂脱色,洗脱液浓缩、干燥;更优选的,在用大孔吸附树脂层析时,先采用浓度低于35%的乙醇洗脱去除部分脂肪油,之后采用浓度高于85%乙醇洗脱,所得洗脱液再经脱色树脂脱色,去除剩余色素。其中,所述的乙醇可以是医用酒精或无水乙醇。

[0013] 五味子所含的化学成分除了具有生物活性的木脂素外,还含有大量的脂肪油、有机酸、挥发油和色素等非活性物质。本发明采用水浸法去除有机酸等水溶性杂质和大部分色素,采用水蒸汽蒸馏法去除挥发油,采用低浓度乙醇洗脱大孔吸附树脂去除部分脂肪油,用脱色树脂去除剩余色素,从而提高总木脂素的含量。

[0014] 本发明提取方法具有提取工艺简单,提取的总木脂素纯度高,杂质去除彻底等优点,可从五味子果实中提取得到总木脂素含量在50%以上的提取物。

附图说明

[0015] 图1 本发明高纯度五味子总木脂素的提取方法的流程图。

具体实施方式

[0016] 下面结合具体实施例来进一步描述本发明,本发明的优点和特点将会随着描述而更为清楚。但这些实施例仅是范例性的,并不对本发明的范围构成任何限制。本领域技术人员应该理解的是,在不偏离本发明的精神和范围下可以对本发明技术方案的细节和形式进行修改或替换,但这些修改和替换均落入本发明的保护范围内。

[0017] 实施例1

[0018] 将五味子果实在水中静态浸泡22小时,果实与水的料液比为1:8(w/v, g/mL);将浸泡后的五味子果实过滤,滤渣烘干粉碎,备用;(2)将粉碎后的滤渣用超临界CO₂萃取,所述的超临界CO₂萃取法在以下条件下进行:萃取压力为30MPa、萃取温度为40℃,CO₂流速为12Kg/h,动态萃取1.5小时;将得到的萃取物用110℃的水蒸汽蒸馏6h,减压浓缩,得到浓缩物,备用;(3)将浓缩物

[0019] 经大孔吸附树脂吸附,先采用30%乙醇洗脱去除部分脂肪油,之后采用85%乙醇洗脱,洗脱液再经脱色树脂脱色,洗脱液浓缩、干燥,即得;经检测,本发明提取物中含有73.5wt%的总木脂素。

[0020] 实施例2

[0021] 将五味子果实在水中静态浸泡24小时,果实与水的料液比为1:6(w/v, g/mL);将浸泡后的五味子果实过滤,滤渣烘干粉碎,备用;(2)将粉碎后的滤渣用超临界CO₂萃取,所述的超临界CO₂萃取法在以下条件下进行:萃取压力为35MPa、萃取温度为50℃,CO₂流速为12Kg/h,动态萃取2小时;将得到的萃取物用120℃的水蒸汽蒸馏1h,减压浓缩,得到浓缩物,备用;(3)将浓缩物

[0022] 经大孔吸附树脂吸附,先采用20%乙醇洗脱去除部分脂肪油,之后采用95%乙醇洗脱,洗脱液再经脱色树脂脱色,洗脱液浓缩、干燥,即得;经检测,本发明提取物中含有87.2wt%的总木脂素。

[0023] 实施例 3

[0024] 将五味子果实在水中静态浸泡 18 小时,果实与水的料液比为 1 : 10(w/v, g/mL);将浸泡后的五味子果实过滤,滤渣烘干粉碎,备用;(2) 将粉碎后的滤渣用超临界 CO₂ 萃取,所述的超临界 CO₂ 萃取法在以下条件下进行:萃取压力为 25MPa、萃取温度为 30℃,CO₂ 流速为 12Kg/h,动态萃取 1 小时;将得到的萃取物用 100℃的水蒸汽蒸馏 8h,减压浓缩,得到浓缩物,备用;(3) 将浓缩物

[0025] 经大孔吸附树脂吸附,先采用 15%乙醇洗脱去除部分脂肪油,之后采用 85%乙醇洗脱,洗脱液再经脱色树脂脱色,洗脱液浓缩、干燥,即得;经检测,本发明提取物中含有 63.8wt%的总木脂素。

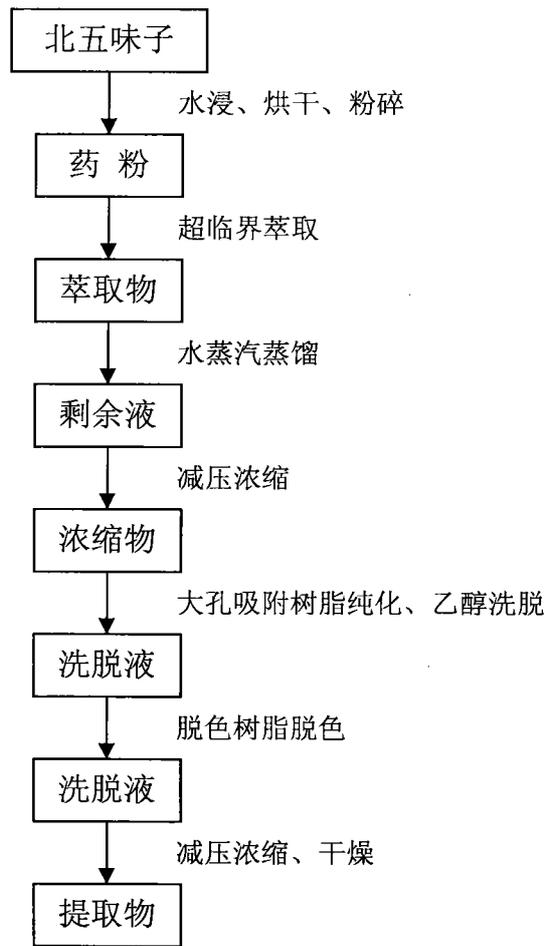


图 1