



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 1854158 B

(45) 授权公告日 2011.09.07

(21) 申请号 200510025347.2

(22) 申请日 2005.04.25

(73) 专利权人 蒋来高

地址 200050 上海市长宁区江苏路 128 号
106 室

(72) 发明人 蒋来高

(74) 专利代理机构 上海天翔知识产权代理有限
公司 31224

代理人 刘粉宝

(51) Int. Cl.

C08B 37/00 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 1557826 A, 2004.12.29, 全文.

US 4843067 A, 1989.06.27, 全文.

CN 1368979 A, 2002.09.11, 全文.

CN 1483743 A, 2004.03.24, 全文.

CN 1539464 A, 2004.10.27, 全文.

审查员 张娜

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

运用超临界流体萃取技术提取黄芪多糖的工艺

(57) 摘要

本发明提供一种中草药黄芪提取物黄芪多糖 III 糖 (F3) 的提取工艺。所述提取工艺包括以下工艺步骤:采集合格蒙古黄芪洗净粉碎;水提;醇沉;超临界流体萃取。获得一种高纯度黄芪多糖 III 糖 (F3)。

1. 一种黄芪多糖的提取方法,包括以下步骤:

1. 采集合格蒙古黄芪洗净粉碎;2. 水提;3. 浓缩;4. 醇沉;5. 超临界流体萃取,所述的流体指 CO₂ 流体,获得黄芪多糖 III 糖 F3;所述步骤 5 的超临界流体萃取,包括如下步骤:

a、加料:将黄芪粗多糖与乙醇夹带剂混合成悬浮物,再泵入萃取釜中;

b、升温:缓冲罐、萃取釜、分离釜均安装在恒温箱内;恒温箱采用远红外加热器加热,缓冲罐、萃取釜和分离釜均设有水夹套,用超级恒温水浴的循环水加热至操作温度,45℃临界点;

c、加压萃取:钢瓶中的 CO₂ 流体经过滤器后进入加压泵加压,出口 CO₂ 经换热器预热后进入缓冲罐,CO₂ 流体在缓冲罐中稳压升温至操纵压力 10MPa,形成超临界状态,进入萃取釜,与釜中的物料接触萃取;

d、减压分离;

e、取出萃取物和残渣;

f、回收流体。

2. 根据权利要求 1 所述的黄芪多糖的提取方法,其特征在于:在所述的步骤 4. 醇沉中,醇沉液为 70 ~ 80% 的乙醇,所述步骤 3. 浓缩的浓缩液与乙醇比为 1 : 0.8,第一次醇沉后,需冷冻或 P₂O₅ 真空干燥。

3. 根据权利要求 1 所述的黄芪多糖的提取方法,其特征在于:在所述的步骤 5 的超临界流体萃取的步骤 a. 加料过程中,所述的乙醇夹带剂为 80% 的乙醇。

4. 根据权利要求 1 所述的黄芪多糖的提取方法,其特征在于:所述的超临界流体萃取时间为 6.5 小时。

运用超临界流体萃取技术提取黄芪多糖的工艺

技术领域

[0001] 本发明属于运用超临界流体萃取技术从中草药黄芪中提取黄芪多糖(III糖)的技术领域。

背景技术

[0002] 一、超临界流体萃取技术的发展现状

[0003] 超临界流体技术是一项跨世纪的高新技术,已被广泛应用于医药、食品、保健、石油化工、环保、发电、核废料处理及纺织印染等诸多领域。尤其是在提取生物活性物质方面,超临界流体萃取技术更是发挥着独特的作用。最早将超临界CO₂萃取技术应用于大规模生产的是美国通用食品公司,之后英、法、德等国也很快将该技术应用于大规模生产中。90年代初,我国开始了超临界萃取技术的产业化工作,发展速度飞快。目前已实现了超临界流体萃取技术从理论研究、中小试生产水平向大规模产业化生产水平的转变,我国在该领域的研究、应用已同国际接轨,甚至在某些方面达到或超过了国际先进水平。

[0004] 二、超临界CO₂流体萃取新技术在中药提取分离中的应用

[0005] 超临界流体(Supercritical Fluid,简称SF或SCF)是指超临界温度(T_c)和临界压力(P_c)状态下的高密度流体。超临界流体具有气体和液体的双重特性,其粘度与气体相似,但扩散系数比液体大得多,其密度和液体相近。超临界流体对物质进行溶解和分离的过程就叫超临界流体萃取(Supercritical Fluid Extraction,简称SFE)。其基本原理为:CO₂的临界温度(T_c)和临界压力(P_c)分别为31.05℃和7.38MPa,当处于这个临界点以上时,此时的CO₂同时具有气体和液体双重特性。它既近似于气体,粘度与气体相近;又近似于液体,密度与液体相近,但其扩散系数却比液体大得多。是一个优良的溶剂,能通过分子间的相互作用和扩散作用将许多物质溶解。同时,在稍高于临界点的区域内,压力稍有变化,即引起其密度的很大变化,从而引起溶解度的较大变化。因此,超临界CO₂可以从基体中将物质溶解出来,形成超临界CO₂负载相,然后降低载气的压力或升高温度,超临界CO₂的溶解度降低,这些物质就沉淀出来(解析)与CO₂分离,从而达到提取分离的目的。在压力为8--40MPa时的超临界CO₂足以溶解任何非极性、中极性化合物,对于极性较强、分子量较大的物质,采用在超临界CO₂中加入适宜的夹带剂或改性剂如甲醇、乙醇、丙酮、乙酸乙酯、水等及增加压力,改善流体溶解性质后,使得难以提取的强极性、大分子化合物如蛋白质、多糖等的超临界CO₂提取成为可能。

[0006] 三、黄芪及其提取物黄芪多糖的作用简介

[0007] 黄芪又名绵黄耆、独根、百本、二人抬,为豆科植物。蒙古黄芪或膜黄芪的干燥根,主要功效为“补气固表,利尿脱毒,排脓,敛疮生肌”,为历代常用的补益中药,始载于《神农本草经》,并被奉为上品。现代医学研究发现其药理作用甚广,除能增强机体免疫功能、增强细胞代谢、调节DNA复制及RNA和蛋白质的合成外,还有固肾降压、保肝抗炎的功能。近年来,关于黄芪单剂及其主要化学成分的免疫调节作用研究已取得很大进展。

[0008] 黄芪多糖(Asragulus Polysacharin, APS)是黄芪中含量最多、免疫活性较强的

一种物质。近年来对它的药理学作用研究甚多。它能增强人淋巴细胞、小鼠腹腔巨噬细胞和中性粒细胞的活化,反转免疫抑制剂 CY 对免疫器官和免疫功能的影响。对经眼镜蛇毒因子处理后补体下降、吞噬率下降的豚鼠有促进补体修复、促进中性白细胞吞噬率提高和恢复的功能。近年来研究较多的是应用 APS 对创伤后免疫功能低下的恢复作用。体内外应用 APS 不仅可使烧伤小鼠的脾脏指数和胸腺指数恢复正常,还可纠正烧伤小鼠 T 淋巴细胞转化,抑制性 T 细胞 (TS) 的抑制活性, IL-2 产生及 IL-2R 表达的受抑状态,使巨噬细胞分泌的 IL-1 增加,抑制 PGE2 合成。经进一步研究表明, APS 可升高创伤小鼠的 IL-2mRNA 和 IL-2RmRNA 水平,提示 APS 是通过促进创伤小鼠淋巴细胞 IL-2 及 IL-2R 的基因转录表达而逆转 IL-2、IL-2R 的抑制状态的,这为研究 APS 对创伤后细胞免疫功能调节作用的机理提供了线索。有科研人员给予烫伤大鼠以 APS 后,发现大鼠脾 T、B 淋巴细胞转化能力、克隆形成率及抗体形成细胞数均明显增加。将 APS 应用于创伤感染可明显改善巨噬细胞吞噬活性,降低 PGE2 释放,但 TNF 仍高于正常组。用 ASP 拮抗 CY 的毒副作用,使 PFC 指数明显增加,但脾指数与对照组相比无显著增加。

[0009] 黄芪作为常用的“扶正固本,补中益气”的药物,主要有效成分为黄芪多糖、黄酮等化合物和微量元素,可作用于多种免疫活性细胞、促进某些细胞因子的分泌,进一步发挥免疫调节作用。它对免疫抑制剂造成的免疫低下有明显的保护作用,是具有双向作用的免疫调节剂。因而对临床肿瘤放疗患者、慢性放射患者及各种原因造成免疫功能低下患者是一种很有效的辅助治疗药。由于黄芪可以发挥多种对人体的保健功用,因而作为保健食品的配方之一也越来越受到人们的重视。但黄芪的应用自古以来以煎剂为多,服用繁琐,而 APS 与黄芪注射液这两种简便的剂型是近年来才被研制、采纳的,较易为临床应用所接受。而传统的黄芪多糖的分离提取工艺大多是采用“水提醇沉法”,该法工艺落后,提取的得率和纯度都还不能满足生产使用的需求。

[0010] 本发明正是运用了超临界流体萃取技术的该项原理,成功实现了从中草药黄芪中提取黄芪多糖 -III 糖 (F3)。

发明内容

[0011] 本发明提供一种运用超临界萃取技术从中草药黄芪中提取分离黄芪多糖 -III 糖 (F3) 的提取工艺。

[0012] 为达上述目的,本发明采用如下技术方案:

[0013] 1、原料处理:取合格的蒙古黄芪,洗净粉碎备用;

[0014] 2、水提取;

[0015] 3、浓缩;

[0016] 4、醇沉;

[0017] 5、超临界流体萃取:

[0018] a、加料;

[0019] b、升温;

[0020] c、加压萃取;

[0021] d、减压分离;

[0022] e、排出物料及残渣;

[0023] f、回收流体。

具体实施例

[0024] 以下结合一个黄芪多糖-III糖(F3)的提取工艺实施例说明本发明。该提取工艺实施例中均与下述工艺步骤相同。

[0025] 黄芪提取物黄芪多糖 III 糖 (F3) 的提取工艺,包括以下步骤:

[0026] 1、原料处理:取根条粗长、独枝无叉、外皮光润、皱纹少、质坚而绵、断面色黄白、粉性足,味甜的蒙古黄芪根部,清洗后粉碎备用;

[0027] 2、水提取:将粉碎之黄芪,加水浸润约 2 小时,置反应罐中,加水浸没生药为度,煎煮。同法反复进行三次;

[0028] 3、浓缩:将上述三次水提液混合,置反应罐中浓缩;

[0029] 4、醇沉:在上述浓缩液中缓缓加入纯度为 70 ~ 80% 的乙醇,浓缩液与乙醇比为 1 : 0.8,不断搅拌,使含醇量达 80%,静置至沉淀完全,取其沉淀冷冻或 P_2O_5 真空干燥,使同时被沉淀的蛋白质、胶质等杂质变性固化。再加水溶解后冷藏或离心,除去水不溶性杂质,再用 70 ~ 80% 乙醇反复醇沉 2 次,即获得黄芪粗多糖,其中,第一次醇沉后需干燥。

[0030] 5、超临界流体萃取:

[0031] a、加料:将黄芪粗多糖与 80% 乙醇夹带剂混合成悬浮物,再泵入萃取釜中。

[0032] b、升温:缓冲罐、萃取釜、分离釜均安装在恒温箱内。恒温箱采用远红外加热器

[0033] 加热,箱内装设微型风扇使空气循环流动,恒温箱的温度由温控仪控制。缓冲

[0034] 罐、萃取釜和分离釜均设有水夹套,用超级恒温水浴的循环水加热至操作温度, 45°C (临界点)。

[0035] c、加压萃取:钢瓶中的 CO_2 流体经过滤器后进入加压泵加压,出口 CO_2 经换热器预热后进入缓冲罐。 CO_2 流体在缓冲罐中稳压升温至操纵压力 10MPa,形成

[0036] 超临界状态,进入萃取釜,与釜中的物料接触萃取。

[0037] d、减压分离:萃取出的产物被超临界 CO_2 流体携带,经加热节流伐减压和换热器

[0038] 加热后进入一级分离釜进行初步分离,出口 CO_2 经节流伐再次减压后进入二级

[0039] 分离釜,在此釜中 CO_2 流体与萃取物完全分离。

[0040] e、取出萃取物和残渣:萃取物和残渣均从一、二级分离釜的底部排出。

[0041] f、回收流体:分离后的 CO_2 流体,通过伐门控制返回加压泵入口,循环使用。萃取时间工艺应控制在 6.5 小时。

[0042] 通过上述实施例可获得高纯度黄芪多糖提取物 III 糖 (F3)。