



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101999648 B

(45) 授权公告日 2012. 10. 31

(21) 申请号 201010503367. 7

A61K 131/00(2006. 01)

(22) 申请日 2010. 10. 11

(56) 对比文件

(73) 专利权人 宝鸡市虹源生物科技有限公司
地址 721004 陕西省宝鸡市陈仓区科技工业园区

CN 101239962 A, 2008. 08. 13, 说明书第 2-9 页.
CN 101554234 A, 2009. 10. 14, 说明书第 3-9 页.

(72) 发明人 范建礼 魏有良

向道丽. 酶法提取越桔果渣花色苷酶解条件的研究. 《中国林副特产》. 2005, (第 6 期), 第 1-3 页.

(74) 专利代理机构 中国科学院西安专利中心
61001

A. B. Howell 等. A-type cranberry proanthocyanidins and uropathogenic. 《Phytochemistry》. 2005, 第 66 卷第 2281 - 2291 页.

代理人 任越

审查员 何杰

(51) Int. Cl.

A23L 1/29(2006. 01)

A23L 1/30(2006. 01)

A23L 1/275(2006. 01)

A61K 36/45(2006. 01)

A61K 8/97(2006. 01)

A61P 39/06(2006. 01)

A61P 29/00(2006. 01)

A61P 35/00(2006. 01)

A61P 9/00(2006. 01)

A61Q 1/02(2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 4 页

(54) 发明名称

蔓越橘果实中花色苷及原花青素类成分的提取方法

(57) 摘要

本发明公开了一种蔓越橘果实中花色苷和原花青素类成分的提取方法,包括以下步骤:先将蔓越橘果实破碎处理,用生物酶酶解后,在 pH 值 1.0 ~ 5.5 条件下进行水浸提,得水提取液和残渣;再将残渣进行醇提萃取,浓缩萃取液回收醇,得醇提浓缩液;将水提取液与醇提浓缩液合并,通过大孔吸附树脂吸附,用水洗涤大孔吸附树脂后,用含水醇溶液解析,将解析液浓缩、干燥,得含花色苷和原花青素类成分的混合物;本发明的方法工艺简单、设备通用强、投资少、收率高、成本低、适于规模化生产;所得混合物可用做食品、保养品、药品方面的原料或作为添加剂使用。

1. 一种蔓越橘果实中花色苷和原花青素类成分的提取方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 将蔓越橘果实破碎处理,加入生物酶酶解后,在 pH 值 1.0 ~ 5.5 条件下进行水浸提,得水提取液和残渣;所述的生物酶为纤维素酶、果胶酶、淀粉酶、木糖酶、糖化酶之一种或是多种;酶解时溶液中酶活要求在 5000 单位以上;

(2) 再将残渣进行醇提萃取,浓缩萃取液回收醇,得醇提浓缩液;

(3) 将水提取液与醇提浓缩液合并,通过大孔吸附树脂吸附,用水洗涤大孔吸附树脂后,用含水醇溶液解析,得解析液;

(4) 将解析液浓缩、干燥,得含花色苷和原花青素类成分的混合物。

2. 根据权利要求 1 所述的提取方法,其特征在于,所述步骤 (1) 中的水浸提,其浸提液的量为蔓越橘果实重量的 2 ~ 10 倍,浸取时间为 1 ~ 8 小时;重复该水浸提步骤一次。

3. 根据权利要求 1 所述的提取方法,其特征在于,所述步骤 (2) 中的醇提萃取,其醇溶液的量残渣重量的 1 ~ 8 倍,萃取时间为 1 ~ 4 小时;其醇提萃取用的醇溶液为乙醇、甲醇、丙醇或是丁醇溶液。

4. 根据权利要求 1 所述的提取方法,其特征在于,所述步骤 (3) 中,含水醇溶液中的醇为乙醇、甲醇、正丁醇或是异丙醇。

5. 根据权利要求 1 所述的提取方法,其特征在于,所述步骤 (3) 中大孔吸附树脂为 D101、D201、AB-8、XAD-6、XAD-7 或是 XAD-10 的任一种。

6. 根据权利要求 1 所述的提取方法,其特征在于,所述步骤 (4) 中将解析液浓缩、干燥,浓缩的相对密度为 1.0 ~ 1.2;其干燥方法为 140 ~ 180℃ 喷雾干燥或是 30 ~ 70℃ 真空减压干燥。

蔓越橘果实中花色苷及原花青素类成分的提取方法

技术领域

[0001] 本发明涉及蔓越橘果实中花色苷和原花青素类成分的提取方法,该提取物可用做食品、保养品、药品方面的原料或作为添加剂使用。

技术背景

[0002] 蔓越橘 (*Vaccinium macrocarpa* Aiton) 为杜鹃花科越橘属植物,又称蔓越莓,台湾俗称小红莓;分布于北美洲的加拿大和美国等地区,生长环境为阴湿地,适应 pH4 ~ 4.5 的酸性土壤,果实红色,直径 1 ~ 1.5cm,6 ~ 8 月开花,8 ~ 10 月果实成熟。早在美国马萨柱塞开始栽培,目前在美国栽培面积较大,近年已引种至俄罗斯等欧洲地区。全世界栽培面积 37000 万英亩。

[0003] 蔓越橘果实中富含花色苷及原花青素类成分,这些成分不但具有很好的保健、营养和治疗疾病方面的作用,也是应用很广的天然色素类添加剂。目前,花青素类提取物的应用已经很广泛,像越橘花青素提取物主要用于保护视力、抗氧化方面;黑米花青素主要用于酒类、饮料等食品的添加。蔓越橘花青素的抗泌尿感染作用已经明确,美国国家健康研究院 (The National Institutes of Health) 资助研究的有关蔓越橘对心脏病、真菌感染和其它疾病的作用,以及对抗癌、中风和病毒传染的潜力发现,使蔓越橘成为对健康有益的顶级食物。

[0004] 蔓越橘富含抗氧化剂,可保护细胞免于受到称为自由基的不稳定分子所损伤。目前研究发现,饮用蔓越橘汁可以在泌尿管壁上形成一道保护膜,该物质可以破坏细菌的附着器,使细菌无法附着于泌尿管壁,可防止泌尿道感染。研究人员还在蔓越橘里发现一种复合物 proanthocyanidine,可防止牙菌斑形成,含有这种成份的漱口水已被开发出来防止牙周病。其他的研究也显示:当饮用蔓越橘汁几月后能杀死可能导致胃癌和胃溃疡的幽门杆菌 (*H. pylori* bacteria);每天饮用蔓越橘汁可能增加好的胆固醇的量,并且减少坏的胆固醇的量;蔓越橘也可能防止肿瘤初发生或者迅速地生长;蔓越橘的化学萃取物在试管内可以防止乳腺癌细胞的增生。

[0005] 由于蔓越橘不属于抗生素药物,不会有抗药性,是一种理想、有效的营养补充品。美国人每年要消耗约一亿一千七百万磅的蔓越橘酱。多年来美国医生都建议病人规律性地饮用蔓越橘汁,不仅可以预防尿道感染,也可以减少使用治疗尿道感染的抗生素。

[0006] 现有的蔓越橘果实中花色苷和原花青素类成分的提取方法(中国专利申请号 200910117889.0),其工艺较为复杂、能耗高、收率低、制备成本高。

发明内容

[0007] 本发明的目的在于提供一种蔓越橘果实中花色苷和原花青素类成分的提取方法,该方法具有工艺简单、设备通用强、投资少、收率高、成本低、适于规模化生产的优点;所得提取物中富含花色苷及原花青素类成分,有较强的抗氧化活性,在抗炎、抗癌、防治心血管疾病等方面具有良好的生物活性和药理作用,适用于食品、保养品、化妆品、药品的原料或

作为添加剂。

[0008] 为了达到上述目的,本发明采用以下技术方案予以实现。

[0009] 一种蔓越橘果实中花色苷和原花青素类成分的提取方法,其特征在于,包括以下步骤:

[0010] (1) 将蔓越橘果实破碎处理,加入生物酶酶解后,在 pH 值 1.0 ~ 5.5 条件下进行水浸提,得水提取液和残渣;

[0011] (2) 再将残渣进行醇提萃取,浓缩萃取液回收醇,得醇提浓缩液;

[0012] (3) 将水提取液与醇提浓缩液合并,通过大孔吸附树脂吸附,用水洗涤大孔吸附树脂后,用含水醇溶液解析,得解析液;

[0013] (4) 将解析液浓缩、干燥,得含花色苷和原花青素类成分的混合物。

[0014] 本发明的特点还在于:

[0015] 在步骤 (1) 中,所述的生物酶为纤维素酶、果胶酶、淀粉酶、木糖酶、糖化酶之一种或是多种;酶解时溶液中酶活要求在 5000 单位以上;

[0016] 所述步骤 (1) 中的水浸提,其浸提液的量为蔓越橘果实重量的 2 ~ 10 倍,浸取时间为 1 ~ 8 小时,该水浸提步骤可重复一次;其浸提液 pH 值的调整可以采用盐酸、硫酸、磷酸、醋酸、柠檬酸、没食子酸、酒石酸、丙酸、丁酸或是戊酸。

[0017] 所述步骤 (2) 中的醇提萃取,其醇溶液的量为所述残渣重量的 1 ~ 8 倍,萃取时间为 1 ~ 4 小时;其醇提萃取用的醇溶液可以采用乙醇、甲醇、丙醇或是丁醇溶液;

[0018] 所述步骤 (3) 中,含水醇溶液中的醇为乙醇、甲醇、正丁醇或异丙醇。

[0019] 所述步骤 (3) 中,大孔吸附树脂为非极性或弱极性树脂,具体为 D101、D201、AB-8、XAD-6、XAD-7 或是 XAD-10 的任一种。

[0020] 所述步骤 (4) 中将解析液浓缩、干燥,浓缩相对密度为 1.0 ~ 1.2,干燥方法为 140 ~ 180℃ 喷雾干燥或是 30 ~ 70℃ 真空减压干燥。

[0021] 本发明蔓越橘果实中花色苷和原花青素类成分的提取方法,工艺简单、设备通用强、投资少、收率高、成本低、适于规模化生产;提取物中富含花色苷及原花青素类成分,具有较强的抗氧化活性,能够清除多种氧自由基,在抗炎、抗癌、防治心血管疾病等方面具有良好的生物活性和药理作用,适用于食品、保养品、化妆品、药品的原料或作为添加剂。

具体实施方式

[0022] 本发明提取方法的实施方式包括以下步骤。

[0023] (1) 将蔓越橘果实破碎处理,加入生物酶酶解后,加含酸水溶液浸提,得水提取液和残渣。其中:生物酶可以为纤维素酶、果胶酶、淀粉酶、木糖酶、糖化酶之一种或多种;酶解时溶液中酶活要求在 5000 单位以上;

[0024] 上述步骤中加含酸水溶液的量为蔓越橘果实重量的 2 ~ 10 倍,浸取时间为 1 ~ 8 小时。其中加含酸水溶液可以是:先加去离子水或纯净水后,再加酸调 pH 值至 1.0 ~ 5.5;所用的酸可以为盐酸、硫酸、磷酸、醋酸、柠檬酸、没食子酸、酒石酸、丙酸、丁酸或是戊酸;上述用酸性水溶液的浸提,优选的方法是重复浸提步骤一次,合并两次水提取液。

[0025] (2) 将上述的残渣进行醇提萃取,浓缩萃取液回收醇,得醇提浓缩液;其醇提萃取溶液可以为乙醇、甲醇、丙醇或是丁醇溶液,优选乙醇溶液。

[0026] 具体方法为：将残渣加醇溶液萃取，其加入量为所述残渣重量的 1 ~ 8 倍，萃取时间为 1 ~ 4 小时；浓缩萃取液回收醇，其浓缩回收醇的方法为常压或减压回收法，温度为 50 ~ 75℃。

[0027] (3) 将水提取液和醇提浓缩液合并，通过大孔吸附树脂吸附，经水洗涤大孔吸附树脂后，用含水醇溶液解析，得解析液。该含水醇溶液中的醇为乙醇、甲醇、正丁醇或异丙醇；大孔吸附树脂为非极性或弱极性树脂，为 D101、D201、AB-8、XAD-6、XAD-7 或是 XAD-10 的任一种。

[0028] (4) 将解析液浓缩、干燥，得含花色苷和原花青素类成分的混合物，其中，解析液的浓缩方法为常压或是减压回收法，温度为 50 ~ 75℃，浓缩相对密度为 1.0 ~ 1.2；其干燥方法为 140 ~ 180℃喷雾干燥或是 30 ~ 70℃真空减压干燥。

[0029] 其中所得提取物中的花色苷含量为 5 ~ 50%，原花青素含量为 30 ~ 90%。

[0030] 下面结合具体实例对本发明技术方案做进一步的详细说明。

[0031] 实例一、取蔓越橘鲜果 1kg，粉碎成 0.5 ~ 0.6cm 直径的颗粒，加 1 倍鲜果重量的去离子水，加纤维素酶为鲜果重量的 0.5%，45 ~ 50℃保温搅拌 12 小时，再加 3 倍鲜果重量水，用食用盐酸调 pH 值至 2.0，搅拌浸提 1 小时后过滤，同法再水提取 1 次，合并水提取液；在残渣中加 7 倍残渣重量的浓度为 70% 的乙醇溶液，回流萃取后固液分离，将萃取液减压回收乙醇，得醇提浓缩液；合并水提取液和醇提浓缩液后过滤，滤液通过大孔吸附树脂 D101，用去离子水洗涤至流出液色浅，再用 10 ~ 80% 浓度的乙醇溶液梯度洗脱得解析液，将解析液减压浓缩至相对密度 1.1 后，180℃喷雾干燥，得含花色苷和原花青素类成分的混合物 4.6g，收率为鲜果重量的 0.46%。

[0032] 实例二、取蔓越橘鲜果 5kg，粉碎成 0.5 ~ 0.6cm 直径的颗粒，加 1 倍鲜果重量的去离子水，加果胶酶为鲜果重量的 1.0%，用柠檬酸调 pH 值至 5.0，40 ~ 50℃保温搅拌 6 小时，加 5 倍鲜果重量的水，再用柠檬酸调 pH 值至 3.0，搅拌浸提 2 小时后过滤，同法再水提取 1 次，合并水提取液；在残渣中加入 6 倍残渣重量的浓度为 50% 的乙醇溶液，回流萃取后固液分离，将萃取液减压回收乙醇，得醇提浓缩液，合并水提取液和醇提浓缩液过滤后，滤液通过大孔吸附树脂 D201，用去离子水洗涤至流出液色浅，再用浓度 10 ~ 80% 的乙醇溶液梯度洗脱，将解析液减压浓缩至相对密度 1.15 后，30℃真空减压干燥，得含花色苷和原花青素类成分的混合物 25.2g，收率为 0.504%。

[0033] 实例三、取蔓越橘鲜果 5kg，粉碎成 0.5 ~ 0.6cm 直径的颗粒，加 1 倍鲜果重量的去离子水，加淀粉酶为鲜果重量的 2.0%，用食用磷酸调 pH 值至 5.5，45 ~ 50℃保温搅拌 2 小时，加 8 倍鲜果重量的水，再用食用磷酸调 pH 值至 1.0，搅拌浸提 2 小时后过滤，同法水提取 2 次，合并水提取液；在残渣中加入 5 倍残渣重量的浓度为 60% 的甲醇，回流萃取后固液分离，将萃取液减压回收甲醇，得醇提浓缩液，合并上述水提取液和醇提浓缩液后过滤，滤液通过大孔吸附树脂 AB-8，用去离子水洗涤至流出液色浅，再用浓度 10 ~ 80% 的乙醇溶液梯度洗脱，将解析液减压浓缩至相对密度 1.2 后，160℃喷雾干燥，得含花色苷和原花青素类成分的混合物 25.8g，收率为 0.516%。

[0034] 实例四、取蔓越橘鲜果 5kg，粉碎成 0.5 ~ 0.6cm 直径的颗粒，加 1 倍鲜果重量的去离子水，加复合酶（纤维素酶：果胶酶：淀粉酶 = 2 : 1 : 1）为鲜果重量的 0.3%，用没食子酸调 pH 值至 5.0，45 ~ 50℃保温搅拌 4 小时，加 6 倍鲜果重量的水，再用没食子酸调 pH

值至 4.0, 搅拌浸提 4 小时后过滤, 同法水提取 2 次, 合并水提取液; 在残渣中加入 3 倍残渣重量的浓度为 40% 的正丁醇, 回流萃取后固液分离, 将萃取液减压回收正丁醇, 得醇提浓缩液, 合并水提取液和醇提浓缩液; 过滤后, 滤液通过大孔吸附树脂 XAD-6, 用去离子水洗涤至流出液色浅, 再用浓度 10 ~ 80% 的乙醇溶液梯度洗脱, 洗脱得解析液, 将解析液减压浓缩至相对密度 1.0 后, 70℃ 真空减压干燥, 得含花色苷和原花青素类成分的混合物 26.3g, 收率为 0.526%。

[0035] 实例五、取蔓越橘鲜果 5kg, 粉碎成 0.5 ~ 0.6cm 直径的颗粒, 加 1 倍鲜果重量的去离子水, 加鲜果重量 0.2% 的糖化酶, 用食用醋酸调 pH 值至 4.5, 45 ~ 50℃ 保温搅拌 3 小时, 加 5 倍鲜果重量的水, 用醋酸调 pH 值至 1.5, 室温搅拌浸提 6 小时后过滤, 同法水提取 2 次, 合并水提取液; 在残渣中加入 4 倍残渣重量的浓度为 50% 的异丙醇, 回流萃取后固液分离, 将萃取液减压回收异丙醇, 得醇提浓缩液, 合并水提取液和醇提浓缩液; 过滤后, 滤液通过大孔吸附树脂 XAD-7, 用去离子水洗涤至流出液色浅, 再用浓度 10 ~ 80% 乙醇溶液梯度洗脱, 将解析液减压浓缩至相对密度 1.0 后, 180℃ 喷雾干燥, 得含花色苷和原花青素类成分的混合物 25.9g, 收率 0.518%。

[0036] 尽管以上实例对本发明的实施方案进行了描述, 但本发明并不局限于上述的具体实例, 上述实例仅仅是示意性的、指导性的, 而非限制性的。本领域的普通技术人员在本说明书的启示下, 在不脱离本发明权利要求所保护范围的情况下, 还可以做出很多种形式, 这些均属于本发明保护之列。