



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102796610 A

(43) 申请公布日 2012. 11. 28

(21) 申请号 201210294099. 1

(22) 申请日 2012. 08. 18

(71) 申请人 湘西老爹生物有限公司

地址 416000 湖南省湘西土家族苗族自治州  
吉首市人民南路 69 号

(72) 发明人 舒象满 杨建军 陈双平 王小勇  
孙金玉 袁秋红

(51) Int. Cl.

C11B 1/04(2006. 01)

C11B 1/10(2006. 01)

C07K 14/415(2006. 01)

C07K 1/14(2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 2 页 附图 1 页

(54) 发明名称

从杜仲种仁中提取杜仲油、杜仲蛋白质的生产技术

(57) 摘要

本发明涉及一种含油植物种仁的深加工技术,具体为一种从杜仲种仁中提取杜仲油、杜仲蛋白质的生产技术。解决了现有技术中存在的利用超临界流体 CO<sub>2</sub> 萃取技术获取杜仲油生产成本低,萃取压力大;采用机械压榨法取油则种粕残油率很高,影响杜仲蛋白质贮藏过程中的质量;以及现有的采用碱法提取杜仲种粕蛋白质,存在蛋白质色深、粘连、变性和碱法成本高、对环境污染大等问题。步骤包括:干燥,剥壳,粉碎,亚临界流体萃取得到杜仲油和杜仲种粕;杜仲种粕经打浆,提取,分离,酸沉,纯化,干燥得到杜仲蛋白质。

1. 一种从杜仲种仁中提取杜仲油、杜仲蛋白质的生产技术,其特征在于:

一、杜仲油提取,包括以下步骤:

- (1)、杜仲翅果干燥:在 $< 100^{\circ}\text{C}$ 条件下干燥至杜仲翅果含水量 $< 12\%$ ,
- (2)、通过剥壳机剥壳得到杜仲种仁:杜仲种仁得率为 $90 \sim 95\%$ ,
- (3)、将杜仲种仁粉碎过 $40 \sim 60$ 目筛后用造粒机造粒,

(4)、将杜仲种仁粉粒投入亚临界流体萃取设备萃取杜仲油后,得到杜仲种粕;其中,亚临界流体萃取杜仲油具体工艺要求为:丁烷与丙烷或其它脂溶性有机溶剂混合成萃取溶剂,萃取溶剂与杜仲种仁粉粒质量比为 $1 : 5 \sim 15$ ,于萃取压力 $0.2 \sim 1.0\text{Mpa}$ ,萃取温度 $10 \sim 65^{\circ}\text{C}$ 条件下萃取 $2 \sim 4$ 次,每次萃取 $0.5 \sim 2.0$ 小时,使杜仲种粕残油率小于 $1\%$ ;再于压力 $-0.3 \sim -1.0\text{Mpa}$ ,温度 $20 \sim 75^{\circ}\text{C}$ 的条件下回收溶剂,时间为 $0.5 \sim 3$ 小时,即获得亚麻酸含量较高的杜仲油;

二、杜仲蛋白质提取,包括以下步骤:

(1)、打浆:在经亚临界流体萃取杜仲油后得到的杜仲种粕中,按料液(水)质量比 $1 : 15 \sim 25$ 加入去离子水作为浸提液,在浸提液中加入亚硫酸氢钠,加入量为浸提液质量的 $2.5 \sim 5.0\%$ ,充分混匀后加入杜仲种粕中,用打浆机将杜仲种粕混合物进一步粉碎过 $100$ 目筛,

(2)、提取:将打浆后的杜仲种粕混合物提取杜仲蛋白质,条件是于温度 $20 \sim 55^{\circ}\text{C}$ 连续提取 $2$ 次,每次提取 $30 \sim 90$ 分钟,合并提取液,静置后取上清液离心分离,得到杜仲蛋白质提取液,

(3)、酸沉:离心后的杜仲蛋白质提取液用柠檬酸调节 $\text{PH}$ 值至 $3.7 \sim 4.0$ ,充分搅拌均匀后静置 $2 \sim 4$ 小时,离心分离后得到粗蛋白质,

(4)、分离纯化:依次采用浓度( $v / v$ )为 $50 \sim 70\%$ 、 $70 \sim 90\%$ 、 $93 \sim 100\%$ 的乙醇清洗三次,每次的加入量按料液(乙醇)质量比 $1 : 2 \sim 5$ ,充分搅拌 $10 \sim 30$ 分钟,离心分离后得到含少量乙醇、纯度较高的杜仲蛋白质,

(5)、干燥:纯化后杜仲蛋白质经 $< 60^{\circ}\text{C}$ 低温真空干燥得到杜仲蛋白质粉。

## 从杜仲种仁中提取杜仲油、杜仲蛋白质的生产技术

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种含油植物种仁的深加工技术,具体为一种从杜仲种仁中提取杜仲油、杜仲蛋白质的生产技术。

### 技术背景

[0002] 杜仲是杜仲科杜仲属植物,是我国特有的单科单属单种的药用植物。杜仲作为我国特有的名贵中药,具有安胎、补肝肾、强筋骨,调节血脂,降低血压,抗氧化,抗衰老,抗炎,抗病毒,增强免疫力等作用。杜仲的根、茎、叶、花和果实均可作为不同药用或工业原料。近年来,国内有关杜仲种仁的研究取得了较大成就,但主要集中在活性成分分析及药理作用研究方面,对杜仲种仁中有效成分的提取技术相关报道较少,对从杜仲种仁中连续提取杜仲油和杜仲蛋白质的提取技术更少。尤其是杜仲种粕中所含的杜仲蛋白质,其氨基酸含量非常丰富,具有很高的营养价值。可当前对杜仲种仁取油后的种粕,只是尝试着用做饲料添加剂或肥料的粗放原始开发,有的甚至当作垃圾丢掉,能规模化生产的技术更少。

[0003] 现有的利用超临界流体 CO<sub>2</sub> 萃取技术获取杜仲油的方法,由于前期设备投入高,萃取压力高,生产成本低,产量小等条件的限制而不能适应大规模生产;采用机械压榨法取油则种粕残油率很高,会影响杜仲蛋白质贮藏过程中的质量。另外,从杜仲种仁取油后的种粕提取分离高纯度蛋白质的文献很少,文献(“杜仲翅果蛋白质提取研究”,陈林杰,等,《农产食品科技》,2006年(创刊号),第20—22,25页)对杜仲种粕蛋白质的提取,主要采用碱法提取,对后续的分选纯化采用透析法,按此工艺提取出的蛋白质,存在碱法成本高、对环境污染大和蛋白质色深、粘连、变性等问题。本申请是对杜仲油、杜仲蛋白质的生产技术现有问题的进一步研究,先采用亚临界流体萃取技术提取杜仲油,再采用水提-醇洗法提取杜仲蛋白质,实现了杜仲种仁的综合利用,生产成本较低。

### 发明内容

[0004] 针对现有技术存在的缺陷或不足,本发明的目的在于提供一种从杜仲种仁中提取杜仲油、杜仲蛋白质的生产技术。

[0005] 本发明是由以下技术方案实现的:

一、杜仲油提取,包括以下步骤:

1、杜仲翅果干燥:在 $< 100^{\circ}\text{C}$ 条件下干燥至杜仲翅果含水量 $< 12\%$ 。

[0006] 2、通过剥壳机剥壳得到杜仲种仁:杜仲种仁得率为 $90 \sim 95\%$ 。

[0007] 3、将杜仲种仁粉碎过 $40 \sim 60$ 目筛后用造粒机造粒。

[0008] 4、将杜仲种仁粉粒投入亚临界流体萃取设备萃取杜仲油后得到杜仲种粕。亚临界流体萃取杜仲油具体工艺要求为:丁烷与丙烷或其它脂溶性有机溶剂混合成萃取溶剂,萃取溶剂与杜仲种仁粉粒质量比为 $1 : 5 \sim 15$ ,于萃取压力 $0.2 \sim 1.0\text{Mpa}$ ,萃取温度 $10 \sim 65^{\circ}\text{C}$ 条件下萃取 $2 \sim 4$ 次,每次萃取 $0.5 \sim 2.0$ 小时,使杜仲种粕残油率小于 $1\%$ ;再于压力 $-0.3 \sim -1.0\text{Mpa}$ ,温度 $20 \sim 75^{\circ}\text{C}$ 的条件下回收溶剂,时间为 $0.5 \sim 3$ 小时,即获得亚

麻酸含量较高的杜仲油。

[0009] 二、杜仲蛋白质提取,包括以下步骤:

1、打浆:经亚临界流体萃取杜仲油后得到的杜仲种粕,由于萃取前进行了造粒处理,提取蛋白质前先打浆可以提高提取率;按料液(水)质量比 1 : 15 ~ 25 加入去离子水作为浸提液,为了防止杜仲种粕在蛋白质提取过程中氧化褐变,在浸提液中加入亚硫酸氢钠,加入量为浸提液质量的 2.5 ~ 5.0%,充分混匀后加入到杜仲种粕中,用打浆机将杜仲种粕混合物进一步粉碎过 100 目筛。

[0010] 2、提取:将打浆后的杜仲种粕混合物提取杜仲蛋白质,条件是于温度 20 ~ 55℃ 连续提取 2 次,每次提取 30 ~ 90 分钟;合并提取液,静置后取上清液经离心分离得到含杜仲蛋白质的提取液。

[0011] 3、酸沉:含杜仲蛋白质的提取液用柠檬酸调节 PH 值至 3.7 ~ 4.0,充分搅拌均匀后静置 2 ~ 4 小时,离心分离后得到杜仲粗蛋白质。

[0012] 4、分离纯化:杜仲种粕蛋白质提取过程中,多糖、绿原酸、桃叶珊瑚苷、松脂醇二葡萄糖甙等多种聚环烯醚萜类以及其它活性成分会随着一并提取出来,会使提取率升高,但是也造成提取物纯度降低,从而影响杜仲蛋白质的质量。如果只是简单的对粗蛋白质进行水洗或过滤,将会造成蛋白质损耗大和杂质含量高,不能解决根本问题。本申请的分离纯化是分别依次采用浓度(v / v)为 50 ~ 70%、70 ~ 90%、93 ~ 100% 的乙醇清洗三次,每次的加入量按料液(乙醇)质量比 1 : 2 ~ 5,充分搅拌 10 ~ 30 分钟,离心分离后得到含少量乙醇、纯度较高的杜仲蛋白质。

[0013] 5、干燥:纯化后杜仲蛋白质经 < 60℃ 低温真空干燥得到杜仲蛋白质粉。

[0014] 在本发明的工艺中,利用亚临界流体萃取技术提取杜仲油,是除超临界流体萃取技术以外的另一种杜仲油提取方法。亚临界流体萃取技术是在密闭、无氧、低温、低压的压力容器内完成萃取物料与萃取剂分子间的扩散、转移过程,可以防止油脂氧化;提取杜仲油后的种粕用去离子水提取蛋白质,并再一次进行了打浆处理,较好的解决了碱法成本高、对环境污染大等问题,保证了杜仲种粕蛋白质的提取率和贮藏过程中的质量;后续用不同浓度的乙醇清洗三次,因乙醇安全、无毒,还可以杀灭病菌,加快过滤和干燥速度,很好的解决了水洗蛋白质色泽深、粘连和提取率降低等问题。采用本发明工艺方法生产的杜仲种粕蛋白质色泽灰白,产品纯度高。

[0015] 附图说明:附图 1 为本发明的工艺流程图。

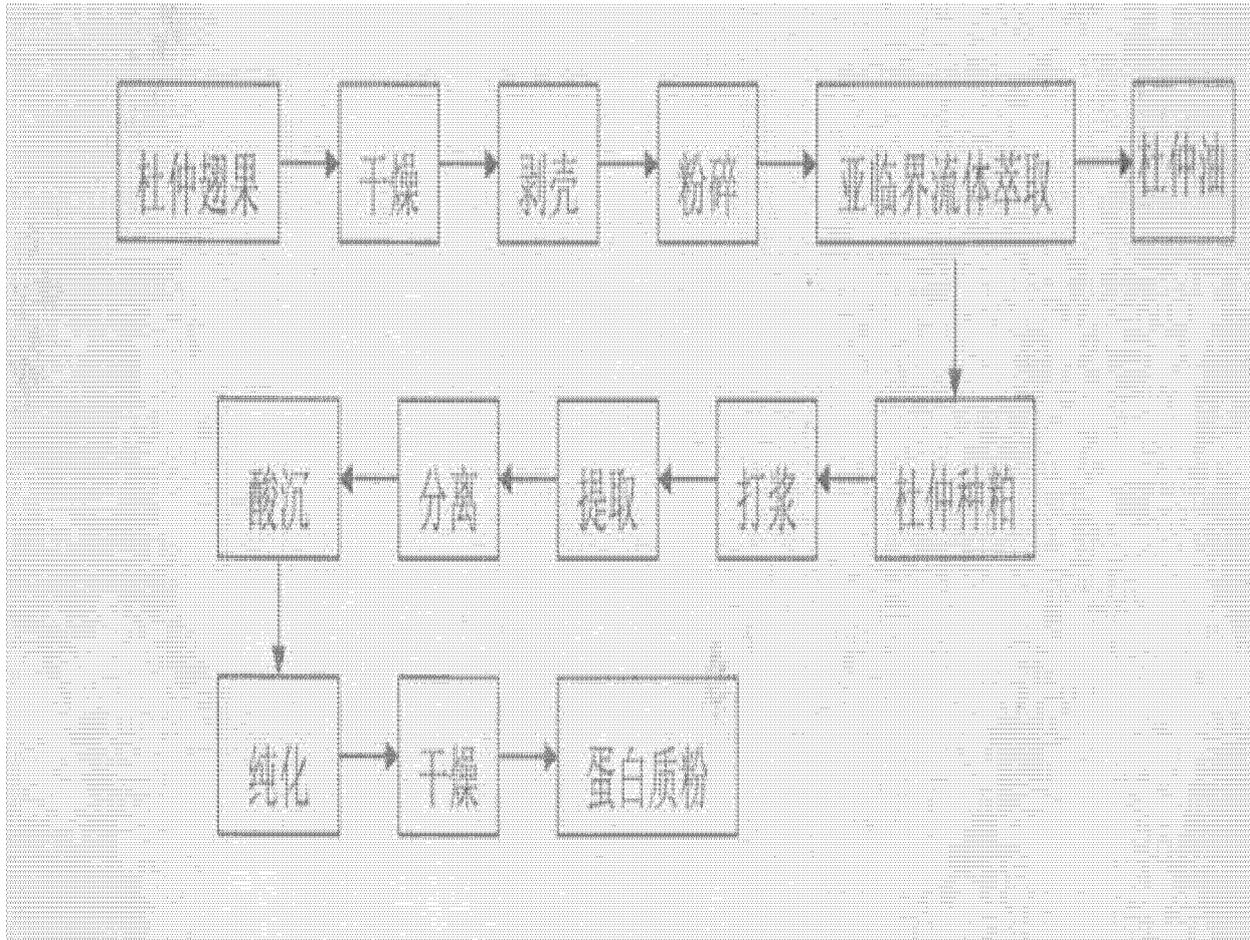


图 1