



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104306758 A

(43) 申请公布日 2015. 01. 28

(21) 申请号 201410507594. 5

(22) 申请日 2014. 09. 28

(71) 申请人 广西大学

地址 530004 广西壮族自治区南宁市大学东  
路 100 号

(72) 发明人 袁红娟

(74) 专利代理机构 成都九鼎天元知识产权代理  
有限公司 51214

代理人 吴彦峰

(51) Int. Cl.

A61K 36/899 (2006. 01)

A61P 39/06 (2006. 01)

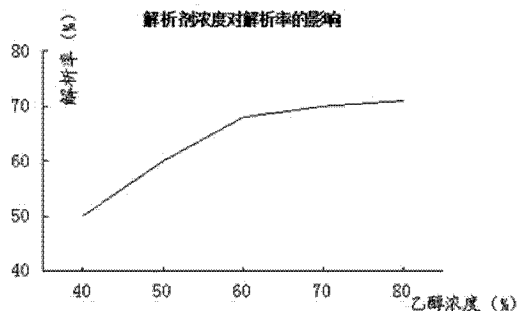
权利要求书1页 说明书4页 附图3页

(54) 发明名称

一种从甘蔗皮提取多酚的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种从甘蔗皮提取多酚的方法,属于植物提取领域。包括以下步骤:取甘蔗皮于 35℃ 烘干,粉碎后过 60 目筛;以 40-60% 的乙醇溶液为溶剂,采用超声提取,抽滤,干燥提取液得甘蔗皮多酚粗提物;超声波提取条件为温度 45-55℃,料液比 12-16:1,提取时间 20-35min;纯化:将多酚粗提物溶液过大孔树脂;然后采用水清洗大孔树脂;再采用乙醇洗脱;收集洗脱液,干燥,得甘蔗皮多酚。本发明为甘蔗皮的利用提供了一种新的方法,可以变废为宝,具有操作简便,提取效率高等优点。



1. 一种从甘蔗皮提取多酚的方法,其特征在于包括以下步骤:
  - (1) 取甘蔗皮于 35℃烘干,粉碎后过 60 目筛;
  - (2) 以 40-60%的乙醇溶液为溶剂,采用超声提取,抽滤,干燥提取液得甘蔗皮多酚粗提物;其中,超声波提取条件为温度 45-55℃,料液比 1:12-16,提取时间 20-35min;
  - (3) 纯化:将多酚粗提物加水配制成 6-10mg/ml 的溶液,以 2.5-5.5BV/h 的速度过大孔树脂;粗提物溶液过完后采用用量大于 5BV 的水清洗大孔树脂;再采用用量为 3-6BV、浓度为 60% -80% v/v 的乙醇洗脱;收集洗脱液,干燥,得甘蔗皮多酚。
2. 根据权利要求 1 所述的一种从甘蔗皮提取多酚的方法,其特征在于:所述步骤 (2) 中提取液的干燥采用的是冷冻干燥装置。
3. 根据权利要求 2 所述的一种从甘蔗皮提取多酚的方法,其特征在于:所述步骤 (2) 中所用乙醇溶液的浓度为 50%。
4. 根据权利要求 3 所述的一种从甘蔗皮提取多酚的方法,其特征在于:所述超声波提取条件为温度 50℃,料液比 1:15,提取时间为 30min。
5. 根据权利要求 4 所述的一种从甘蔗皮提取多酚的方法,其特征在于:所述步骤 (2) 中是经超声波提取 2 次后抽滤和干燥。
6. 根据权利要求 5 所述的一种从甘蔗皮提取多酚的方法,其特征在于:所述大孔树脂为 D101、H-103、S-8、AB-8、NKA-9、X-5 中的任意一种。
7. 根据权利要求 6 所述的一种从甘蔗皮提取多酚的方法,其特征在于:所述大孔树脂为 X-5。
8. 根据权利要求 7 所述的一种从甘蔗皮提取多酚的方法,其特征在于:所述步骤 (3) 中洗脱所用的乙醇的浓度为 70%。

## 一种从甘蔗皮提取多酚的方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于植物提取领域,具体涉及一种从甘蔗皮提取甘蔗皮多酚的方法。

### 背景技术

[0002] 植物多酚(Plant polyphenol)又名植物单宁(Vegetable tannin),为植物体内的复杂酚类次生代谢物,具有多元酚结构,主要存在于植物的皮、根、叶、果中,在植物中的含量仅次于纤维素、半纤维素和木质素。多酚物质中的类黄酮是抗氧化剂。医学研究表明,氧化损伤是导致许多慢性病,如心血管病,癌症和衰老性疾病的重要原因,多酚的抗氧化功能可以对这些慢性病起到预防作用。多酚作为一种抗氧化剂,对预防心血管疾病有非常好的疗效,这一点得到了中外科学家多年来的实验论证。从20世纪80年代后期开始,国内外从多个领域、多种角度对植物多酚开展了基础研究和应用研究。目前茶多酚、石榴多酚、葡萄多酚的提取技术已经很成熟,且提取的多酚已被应用于食品加工和医药制作领域。

[0003] 我国的甘蔗产量位居世界第三,其中,甘蔗皮占整个甘蔗质量的20%左右,作为非食用部分,甘蔗皮一般会作为废弃物处理。而其实,甘蔗皮中含有大量色素类物质,这些物质属多酚类化合物及类黄酮化合物,且多酚类物质的含量比起不少水果或蔬菜有过之而无不及。甘蔗中的多酚类提取物具有较强的清除自由基、抗氧化活性,对人类的营养、健康和疾病防治具有重要意义。

[0004] 目前,有人对甘蔗梢和蔗糖加工副产物中多酚类化合物进行过研究,但对甘蔗非食用部分甘蔗皮和甘蔗节中多酚的提取技术和应用研究却很少,大量的甘蔗皮被焚烧处理。因此,有必要研制出新的技术从廉价的甘蔗皮中提取多酚类抗氧化物质,加强甘蔗皮的综合利用,变废为宝、提高附加值。

### 发明内容

[0005] 本发明的发明目的在于:针对上述存在的问题,提供一种从甘蔗皮提取甘蔗皮多酚的技术,以弥补现有技术的不足。本发明的方法具有操作简便,提取效率高等优点。

[0006] 本发明采用的技术方案如下:

[0007] 一种从甘蔗皮提取多酚的方法,包括以下步骤:

[0008] (1) 取甘蔗皮于35℃烘干,粉碎后过60目筛;

[0009] (2) 以40-60%的乙醇溶液为溶剂,采用超声提取,抽滤,干燥提取液得甘蔗皮多酚粗提物;其中,超声波提取条件为温度45-55℃,料液比1:12-16,提取时间20-35min;

[0010] (3) 纯化:将多酚粗提物加水配制成6-10mg/ml的溶液,以2.5-5.5BV/h的速度过大孔树脂;粗提物溶液过完后采用用量大于5BV的水清洗大孔树脂;再采用用量为3-6BV、浓度为60%-80% v/v的乙醇洗脱;收集洗脱液,干燥,得甘蔗皮多酚。

[0011] 优选地,步骤(2)中提取液的干燥采用的是冷冻干燥装置。

[0012] 优选地,步骤(2)中乙醇的浓度为50%。

[0013] 优选地,上述超声波提取条件为温度50℃,料液比1:15,提取时间为30min。

[0014] 优选地,上述步骤(2)中是经超声波提取2次后抽滤和干燥。

[0015] 优选地,在步骤(3)中所用的大孔树脂为D101、H-103、S-8、AB-8、NKA-9、X-5中的任意一种,更优选为X-5。

[0016] 优选地,在步骤(3)中洗脱所用的乙醇的浓度为70%。

[0017] 综上所述,本发明的有益效果是:

[0018] 1、超声波提取,对提取过程进行超声波强化处理,是利用超声波的机械破碎和空化作用,加速甘蔗皮多酚粗提物从甘蔗皮粉中向溶剂扩散的速度,缩短浸提时间,增加有效成分的提取率。提取的条件既保证易挥发、易变味、易变色物质的成份低温短时提取,又保证了时间,得到色香味的保留和高提取率。具有工艺简单,提取温度低、回收率高、节时、节能、提取率高等优点,同时避免了有毒溶剂的使用,具有良好的工业推广价值。

[0019] 2、选用的大孔树脂均具有良好的吸附效果,有效地除去植物多糖、蛋白等杂质,甘蔗皮多酚的提取纯度高,达到77%,简化了提取工艺。采用60%-80%的乙醇作为洗脱剂,回收方便,对环境无污染。

[0020] 3、本发明从廉价的甘蔗皮中提取多酚类抗氧化物质,加强甘蔗皮的综合利用,变废为宝、提高了甘蔗的附加值,为农民增收提供了一种新的途径。

#### 附图说明

[0021] 图1表示超声提取时不同乙醇浓度下多酚的提取率

[0022] 图2表示超声提取时不同温度下多酚的提取率

[0023] 图3表示超声提取时不同料液比下多酚的提取率

[0024] 图4表示超声提取时不同提取时间所得多酚的提取率

[0025] 图5表示甘蔗皮多酚的浓度对吸附量的影响

[0026] 图6表示解析剂浓度对解析率的影响

#### 具体实施方式

[0027] 以下通过具体实施方式对本发明作进一步详述。

[0028] 本发明从甘蔗皮提取甘蔗皮多酚的方法是以乙醇为溶剂,采用超声波提取得到甘蔗皮多酚粗产物,然后通过大孔树脂分离,干燥后得甘蔗皮多酚提取物。

[0029] 一、超声提取条件的确定

[0030] 1、乙醇浓度的选择:取甘蔗皮粉末10g,在温度为45-60℃,料液比1:12,提取时间30min下,分别以乙醇浓度为30%、40%、50%、60%、70%进行提取,结果见图1所示。其中乙醇浓度为50%时多酚的提取率最高,故本发明优选溶剂乙醇的浓度为40%-60%,更优选乙醇浓度为50%。

[0031] 2、温度的选择:取甘蔗皮粉末10g,以质量浓度为40%的乙醇为溶剂,料液比1:12,提取时间30min下,分别在30℃、40℃、50℃、60℃、70℃温度条件下进行提取,结果见图2所示。故本发明优选提取温度为45-55℃,更优选为50℃。

[0032] 3、料液比的选择:取甘蔗皮粉末10g,以质量浓度为50%的乙醇为溶剂,在50℃的温度下,提取时间30min,分别在料液比1:5,1:10,1:15,1:20的条件下进行提取,结果见图3所示。其中随着料液比增加,多酚的提取率增加,但增加至料液比为1:15后,增加幅度不

明显,从节约试剂的角度考虑,取料液比为 1:15 最为合适。

#### [0033] 4、提取时间的选择

[0034] 取甘蔗皮粉末 10g,以质量浓度为 50% 的乙醇为溶剂,在 50℃ 的温度下,分别在料液为 1:15 的条件下提取 10min、20min、30min、40min,结果见图 4 所示,当超声波时间在 30min 左右达到峰值,之后随着时间延长,得率有所下降。

[0035] 经过上述 4 项的考察,最终确定超声提取的最佳条件为:乙醇浓度 50%,温度 50℃,料液比 1:15,提取时间 30min。

#### [0036] 二、纯化条件的确定

##### [0037] 1、大孔树脂的选择

[0038] 将经过超声提取并干燥得到的甘蔗皮多酚粗提物加水配制成浓度 10mg/ml 的溶液,选取 D101、H-103、S-8、AB-8、NKA-9、X-5 六种树脂进行吸附,充分吸附后,从上清液中取样,用福林酚法测定多酚质量浓度 ( $C_1$ ),根据式 (1.1) 计算吸附量,式 (1.3) 计算吸附率。采用用量为 5BV 的水清洗大孔树脂;再采用用量为 6BV、浓度为 80% v/v 的乙醇洗脱;从上清液中取样,用福林酚法测定多酚质量浓度 ( $C_2$ ),根据式 (3) 计算解析率。

$$[0039] \quad \text{吸附量 (mg/g)} = (C_0 - C_1) V_1 / W_1 \quad (1.1)$$

$$[0040] \quad \text{吸附率 \%} = (C_0 - C_1) \times 100 / C_0 \quad (1.2)$$

$$[0041] \quad \text{解吸率 \%} = (C_2 \times V_2) \times 100 \% / W_2 \quad (1.3)$$

[0042] 式中: $C_0$ 、 $C_1$  为吸附前后试液多酚质量浓度 (mg/L); $V_1$  为供试液体积 mL; $W_1$  为树脂湿质量 g; $C_2$  为洗脱液中多酚质量浓度 (mg/L); $V_2$  为洗脱液体积 /mL; $W_2$  为吸附量 (mg)。

[0043] 计算得不同树脂对甘蔗皮多酚的吸附、解吸结果如表 1 所示。

[0044] 表 1 不同树脂对甘蔗皮多酚的吸附、解吸结果

[0045]

树脂	D101	H-103	S-8	AB-8	NKA-9	X-5
吸附率	18.23	60.25	33.78	18.67	14.82	50.67
解吸率	69.81	28.29	33.98	54.82	44.73	86.29

[0046] 由表 1 可知,H-103 树脂的吸附率最大,其次是 X-5 树脂;H-103 树脂的吸附率很高,但其解吸率最低,仅为 28.29%,X-5、D101 树脂的解吸性能较好;由于 X-5 树脂的吸附率最大,解吸率高,所以最优选 X-5 树脂对甘蔗皮多酚进行纯化。

##### [0047] 2、甘蔗皮多酚粗提物浓度的选择

[0048] 考察甘蔗皮多酚浓度的不同对其树脂吸附作用的影响,实验结果见图 5。

[0049] 从图 5 可知,随甘蔗皮多酚浓度不断地加大,树脂的吸附有下降的趋势,6-10mg/mL 的差异不大,鉴于节约用时的考虑,这里选择 6mg/mL 的浓度为上柱浓度。

##### [0050] 3、洗脱剂乙醇浓度的选择

[0051] 考察乙醇洗脱剂不同浓度对树脂对石榴皮多酚吸附的影响,实验结果图 6,从图 6 可知,解析剂的浓度变化对 D101 树脂吸附甘蔗皮多酚的影响较大,随解析剂的浓度加大,解吸率也有上升的趋势,当乙醇解吸剂浓度达到 70% v/v 以后,解析率趋于平稳,故可选择浓度大于 60% v/v 即可,而从经济的角度考虑选择 70% v/v 的浓度比较适宜。

[0052] 经过上述 3 项的考察,最终确定纯化的条件为:多酚粗提物浓度为 6mg/ml 选择 X-5 大孔树脂;浓度为 70% v/v 的乙醇为解吸剂洗脱。

[0053] 以下通过实施例形式的具体实施方式,对本发明的上述内容再作进一步的详细说明。

[0054] 实施例 1

[0055] 一种从甘蔗皮提取多酚的方法,包括以下步骤:

[0056] (1) 取甘蔗皮于 35℃ 烘干,粉碎后过 60 目筛;

[0057] (2) 以 40% 的乙醇溶液为溶剂,采用超声提取 2 次,抽滤,采用冷冻干燥装置干燥提取液得甘蔗皮多酚粗提物;其中,超声波提取条件为温度 45℃,料液比 1:12,提取时间 20min;

[0058] (3) 纯化:将多酚粗提物加水配制成 6mg/ml 的溶液,以 2.5BV/h 的速度过大孔树脂 X-5;粗提物溶液过完后采用用量为 5BV 的水清洗大孔树脂;再采用用量为 3BV、浓度为 60% v/v 的乙醇洗脱;收集洗脱液,干燥,得甘蔗皮多酚。

[0059] 经过计算,本实施例经超声提取后,所得粗提物中总酚含量为 10.98mg/g,纯度为 13.27%;经大孔树脂纯化后甘蔗多酚样品中总酚含量为 64.28mg/g,纯度为 76.27%。

[0060] 实施例 2

[0061] 一种从甘蔗皮提取多酚的方法,包括以下步骤:

[0062] (1) 取甘蔗皮于 35℃ 烘干,粉碎后过 60 目筛;

[0063] (2) 以 60% 的乙醇溶液为溶剂,采用超声提取 2 次,抽滤,采用冷冻干燥装置干燥提取液得甘蔗皮多酚粗提物;其中,超声波提取条件为温度 55℃,料液比 1:16,提取时间 35min;

[0064] (3) 纯化:将多酚粗提物加水配制成 10mg/ml 的溶液,以 5.5BV/h 的速度过大孔树脂 S-8;粗提物溶液过完后采用用量为 7BV 的水清洗大孔树脂;再采用用量为 3-6BV、浓度为 60% -80% v/v 的乙醇洗脱;收集洗脱液,干燥,得甘蔗皮多酚。

[0065] 经过计算,本实施例经超声提取后,所得粗提物中总酚含量为 11.35mg/g,纯度为 13.67%;经大孔树脂纯化后甘蔗多酚样品中总酚含量为 66.68mg/g,纯度为 77.42%。

[0066] 实施例 3

[0067] 一种从甘蔗皮提取多酚的方法,包括以下步骤:

[0068] (1) 取甘蔗皮于 35℃ 烘干,粉碎后过 60 目筛;

[0069] (2) 以 50% 的乙醇溶液为溶剂,采用超声提取 2 次,抽滤,采用冷冻干燥装置干燥提取液得甘蔗皮多酚粗提物;其中,超声波提取条件为温度 50℃,料液比 1:15,提取时间 30min;

[0070] (3) 纯化:将多酚粗提物加水配制成 6mg/ml 的溶液,以 5BV/h 的速度过大孔树脂 X-5;粗提物溶液过完后采用用量为 6BV 的水清洗大孔树脂;再采用用量为 6BV、浓度为 70% v/v 的乙醇洗脱;收集洗脱液,干燥,得甘蔗皮多酚。

[0071] 经过计算,本实施例经超声提取后,所得粗提物中总酚含量为 11.98mg/g,纯度为 14.53%;经大孔树脂纯化后甘蔗多酚样品中总酚含量为 67.30mg/g,纯度为 77.39%。

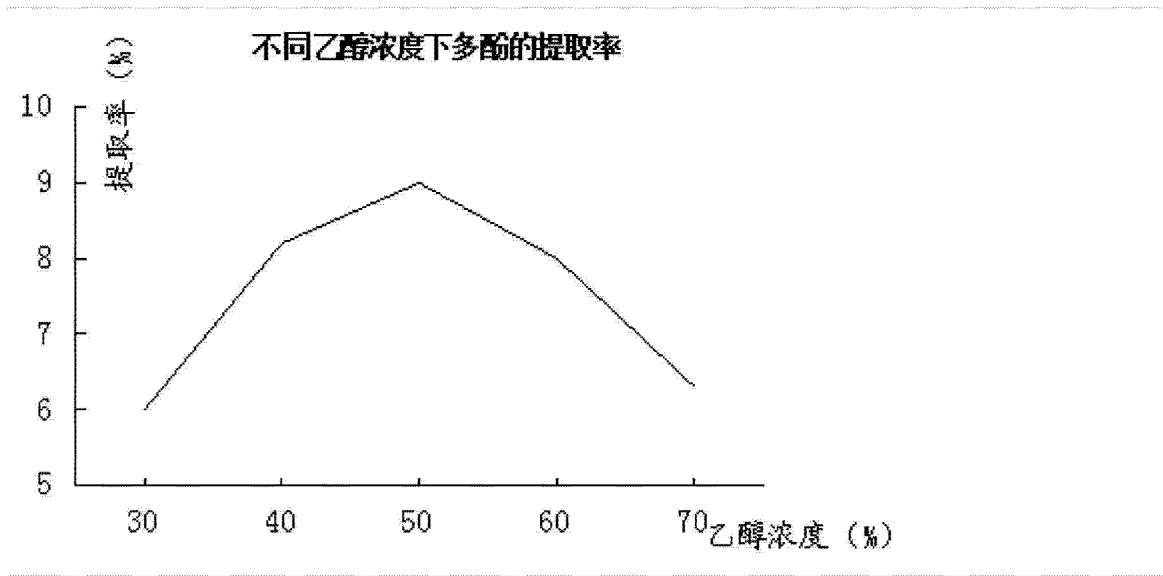


图 1

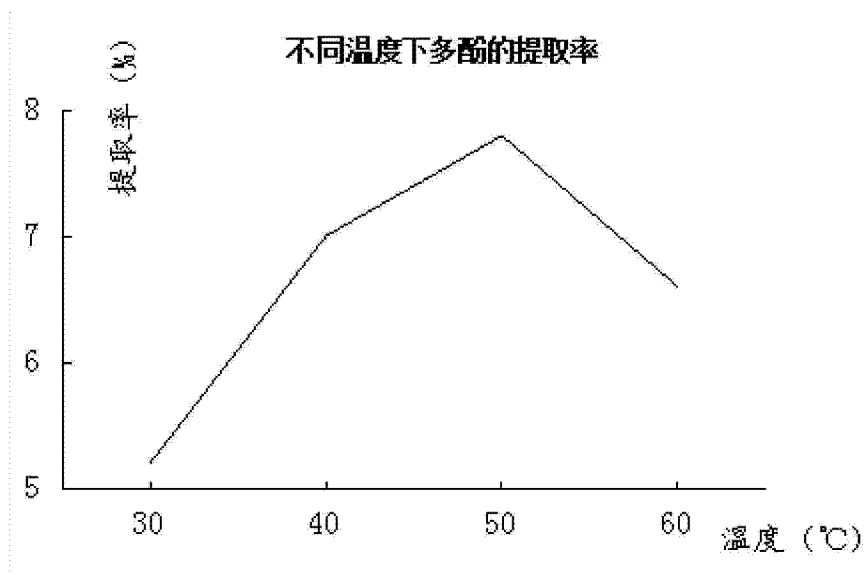


图 2

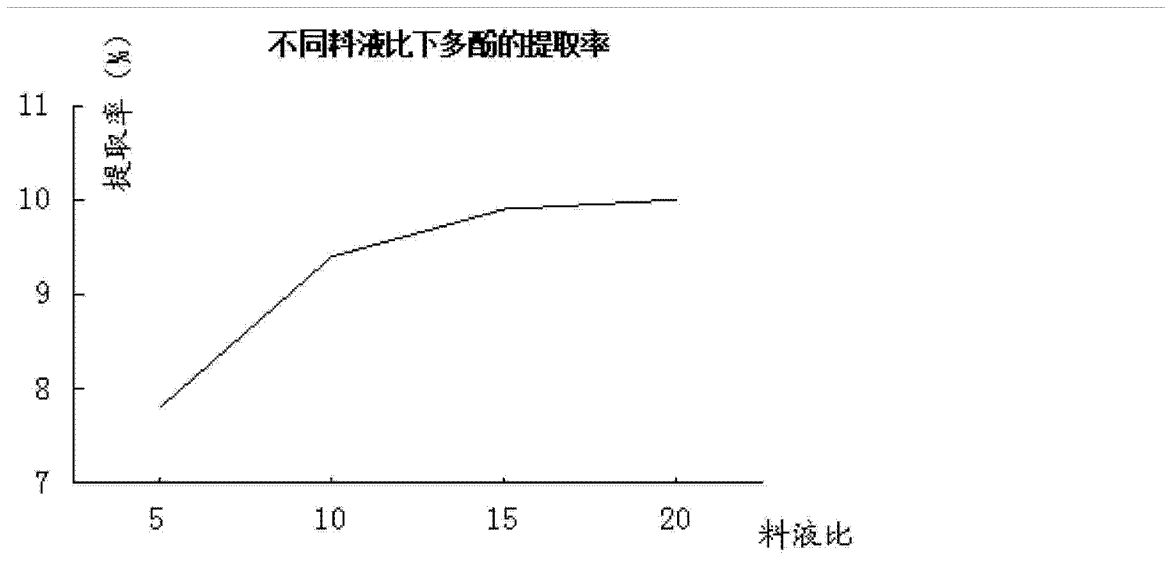


图 3

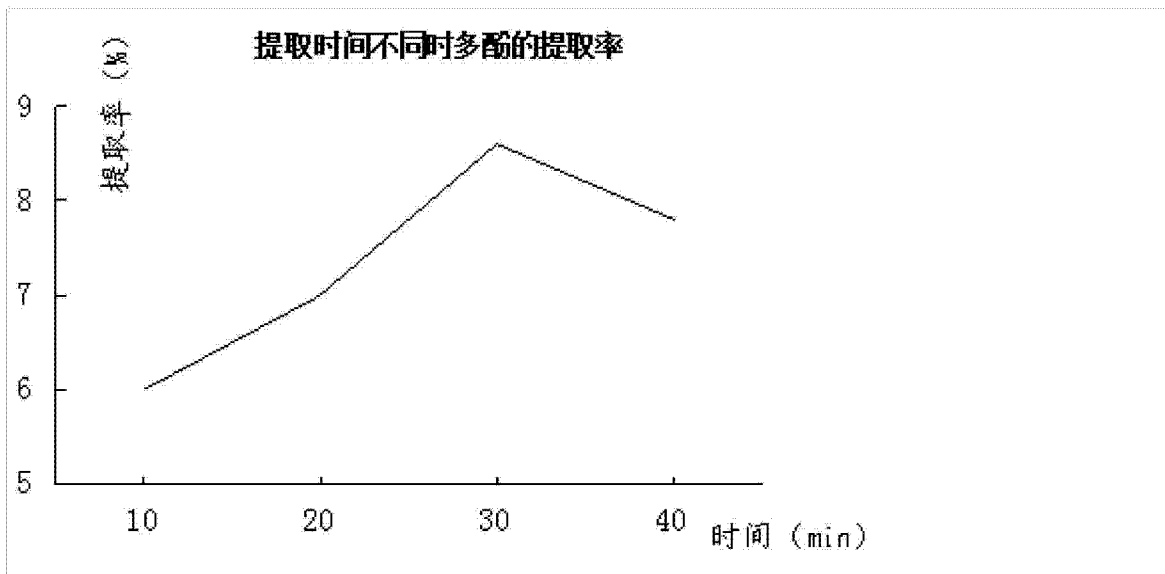


图 4



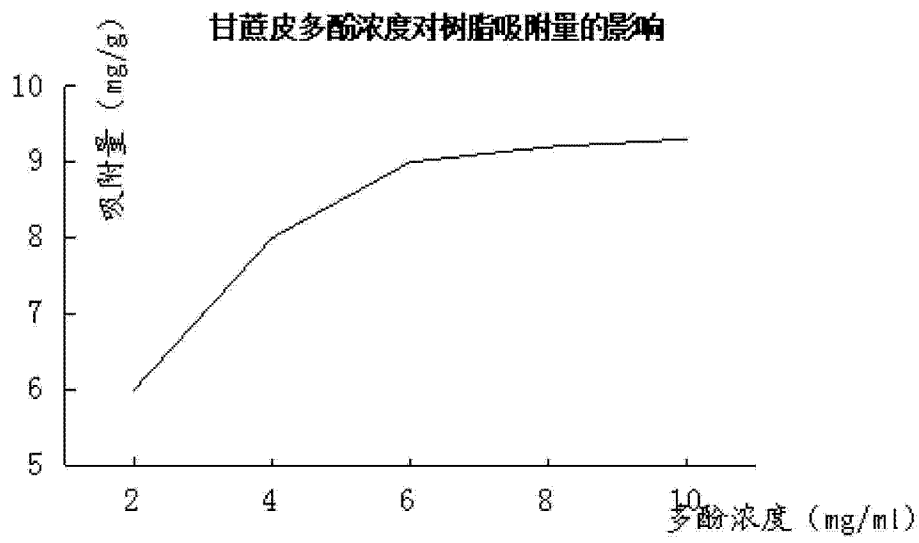


图 5

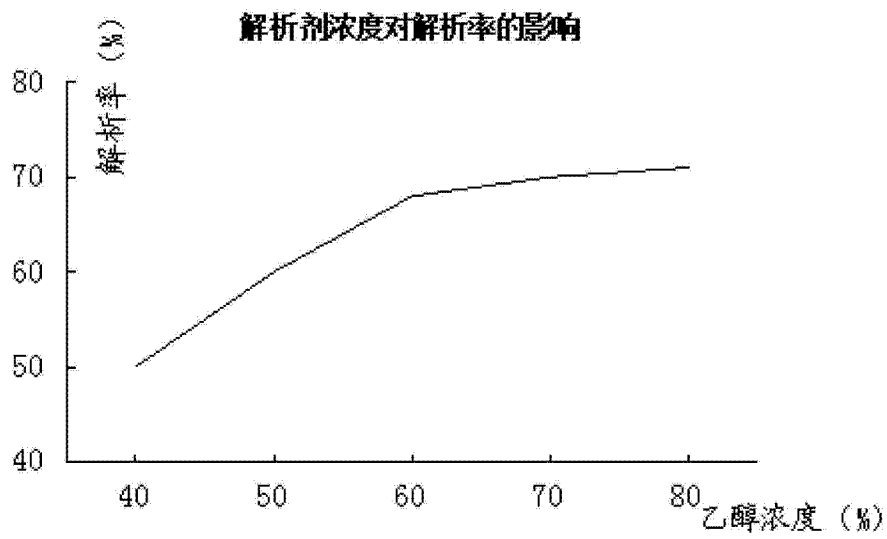


图 6