



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108409813 A

(43)申请公布日 2018.08.17

(21)申请号 201810274730.9

(22)申请日 2018.03.30

(71)申请人 广州利众生物科技有限公司

地址 510530 广东省广州市黄埔区玉岩路
12号,冠昊科技园区一期实验楼315-
37(自主申报)

(72)发明人 邓凤桂 汪芳 张震 梁珊
葛佳佳

(74)专利代理机构 广州胜沃园专利代理有限公
司 44416

代理人 张帅

(51)Int. Cl.

C07H 15/18(2006.01)

C07H 1/08(2006.01)

C08B 37/00(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种从亚麻籽粕中连续提取亚麻籽胶和亚
麻木酚素的方法

(57)摘要

本发明涉及从亚麻籽粕中连续提取亚麻籽
胶和亚麻木酚素的方法,该方法包括以下步骤:
1)亚麻籽壳仁分离:亚麻籽粕粉碎过筛,分别收
集过筛后的上层亚麻籽壳和下层亚麻籽仁;2)亚
麻籽胶的提取:以亚麻籽壳为原料,微波辅助热
水浸提亚麻籽胶;3)亚麻木酚素的提取:将脱胶
亚麻籽壳与乙醇-氢氧化钠溶液混合提取,得到
粗亚麻木酚素;4)亚麻木酚素的纯化:采用大孔
树脂纯化亚麻木酚素粗品,得到高纯度的亚麻木
酚素。本发明从亚麻籽粕中连续提取亚麻籽胶和
亚麻木酚素,提供了一种充分利用亚麻籽粕的新
途径,同时为制备多种亚麻籽有效成分提供了方
便快捷的方法,有效利用了亚麻籽制油副产物,
降低了目标产品生产成本,具有能耗低、产品提
取率高、经济效益高、环境污染少等优势,适宜规
模化生产。

1. 一种从亚麻籽粕中连续提取亚麻籽胶和亚麻木酚素的方法,其特征在于,包括以下步骤:

1) 亚麻籽壳仁分离:榨油后的亚麻籽粕经粉碎机粉碎后过筛,分别收集过筛后的上层亚麻籽壳和下层亚麻籽仁;

2) 亚麻籽胶的提取:以步骤1)获得的亚麻籽壳为原料,采用微波辅助热水浸提亚麻籽胶,混合料液经3500~5000r/min离心20~30min,分别收集上层粘液和下层脱胶亚麻籽壳;将上层粘液减压浓缩,50%~90%的乙醇溶液醇沉,静置,3500~5000r/min离心20~30min,取沉淀,水洗后真空冷冻干燥后得到亚麻籽胶;

3) 亚麻木酚素的提取:将步骤2)获得的脱胶亚麻籽壳与乙醇-氢氧化钠溶液按质量之比1:10~20混合,40℃~70℃的条件下提取2~8h,2500~3500r/min离心10~30min,取上清液,用盐酸调节上清液pH值至中性;上清液减压浓缩,真空冷冻干燥后得到粗亚麻木酚素;

4) 亚麻木酚素的纯化:将步骤3)获得的粗亚麻木酚素与50%~80%的乙醇水溶液配成浓度为4~8mg/mL的溶液,用大孔树脂纯化,收集解吸液,减压浓缩,真空冷冻干燥后得到高纯度的亚麻木酚素。

2. 根据权利要求1所述的一种从亚麻籽粕中连续提取亚麻籽胶和亚麻木酚素的方法,其特征在于,步骤1)所述的亚麻籽壳仁分离是根据亚麻籽壳仁韧性及粒径的差异实现亚麻籽壳仁的有效分离,亚麻籽粉碎后过20~30目筛。

3. 根据权利要求1所述的一种从亚麻籽粕中连续提取亚麻籽胶和亚麻木酚素的方法,其特征在于,步骤2)所述的微波辅助热水浸提的条件为:亚麻籽壳与水的质量之比是1:20~30,浸提温度60~100℃,浸提时间40~60min,输出功率600~800W,搅拌速度600~900r/min。

4. 根据权利要求1所述的一种从亚麻籽粕中连续提取亚麻籽胶和亚麻木酚素的方法,其特征在于,步骤3)所述的乙醇-氢氧化钠溶液中乙醇浓度为40%~90%,氢氧化钠浓度为0.2~2mol/L。

5. 根据权利要求1所述的一种从亚麻籽粕中连续提取亚麻籽胶和亚麻木酚素的方法,其特征在于,步骤4)所述的亚麻木酚素纯化过程中,所用大孔树脂为AB-8大孔树脂,室温下吸附时间为4~24h,解吸时间为2~24h,解吸液为30%~70%的乙醇水溶液。

一种从亚麻籽粕中连续提取亚麻籽胶和亚麻木酚素的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及从亚麻籽粕中提取有效成分的方法,特别涉及一种从亚麻籽粕中连续提取亚麻籽胶和亚麻木酚素的方法。

背景技术

[0002] 亚麻是一种古老且重要的油料作物。2013年我国的亚麻籽产量约40万吨,仅次于加拿大,居世界第二位。经研究发现,亚麻籽中含有多种营养成分,如亚麻籽油(富含 ω -3不饱和脂肪酸)、蛋白质、膳食纤维等,亚麻籽还含有许多具有生物活性的有效成分,包括亚麻籽胶、亚麻木酚素、环亚麻肽等。

[0003] 亚麻籽胶存在于亚麻籽壳中,约占亚麻籽重量的8-10%,主要成份为多糖。亚麻胶具有非常强的乳化、增稠功能,可作为食品添加剂应用于冷冻制品、肉制品、面制品中,也可应用于化妆品、制药、造纸等领域。另外,亚麻籽胶作为一种可溶性膳食纤维,对某些重金属中毒症状具有解毒效果,还具有美容、减肥、降低糖尿病和冠状动脉心脏病的发病率等功效。木酚素是通过存在于植物细胞壁中的两个松柏醇残基偶联形成的高等植物的二酚化合物,多数以二聚体的形式存在,也有少数三聚体和四聚体。木酚素广泛存在于多种天然食品中,如谷物、水果、蔬菜等,其中亚麻籽中的木酚素含量最高,其含量比其他66种食品高出75~80倍。亚麻木酚素存在于亚麻籽壳中,在亚麻籽中的含量为1%~4%,主要成分为开环异落叶松脂酚(secoisolariciresinol,SECO)。研究表明,SECO的前体是开环异落叶松脂酚二葡萄糖苷(secoisolariciresinol diglucoside,SDG),通常也被认为是亚麻木酚素的组分之一。近年来,木酚素已被众多科学研究者证明具有抗氧化、抗癌、预防糖尿病及动脉粥样硬化等诸多潜在的生理活性。

[0004] 亚麻籽胶和亚麻籽木酚素皆具多种生物活性和保健功效,而目前亚麻籽在我国主要用于制备亚麻籽油,作为高附加值的亚麻籽油加工副产物,将亚麻籽胶和亚麻籽木酚素有效的从亚麻籽粕中连续提取分离出来具有巨大的经济效益和社会效益。现阶段国内外的研究主要集中于两者各自的单独提取纯化,且多从亚麻全籽中提取,如中国专利CN101838406B报道了从亚麻全籽中连续提取亚麻籽胶和亚麻木酚素的方法;中国专利CN102850414B报道了从亚麻籽皮中连续提取亚麻籽胶和木酚素的方法;尚缺乏关于从亚麻籽粕中连续提取分离亚麻籽胶和亚麻木酚素的报道。

[0005] 目前公开的与亚麻籽多糖提取相关的专利有:中国专利申请公布号CN101759731B、CN101838406A,这些专利涉及的内容对亚麻籽胶的提取率偏低,且在提取过程中会破坏亚麻籽胶中的酸性多糖。截至目前,国内关于从亚麻籽粕中连续高效地提取分离亚麻籽胶和亚麻木酚素的方法尚未见报道。

发明内容

[0006] 为解决现有技术的缺点和不足之处,本发明的首要目的在于提供一种从亚麻籽粕中连续提取亚麻籽胶和木酚素的方法。本发明的另一个目的在于提供上述制备方法获得的

亚麻籽胶和亚麻木酚素。

[0007] 本发明目的通过以下技术方案实现：

[0008] 一种从亚麻籽粕中连续提取亚麻籽胶和亚麻木酚素的方法，包括以下步骤：

[0009] 1) 亚麻籽壳仁分离：榨油后的亚麻籽粕经粉碎机粉碎后过筛，分别收集上层亚麻籽壳和下层亚麻籽仁；

[0010] 2) 亚麻籽胶的提取：以步骤1)获得的亚麻籽壳为原料，采用微波辅助热水浸提亚麻籽胶，经3500~5000r/min离心20~30min后分别收集上层粘液和下层脱胶亚麻籽壳；将上层粘液减压浓缩，50%~90%的乙醇溶液沉淀，静置，3500~5000r/min离心20~30min，取沉淀，水洗后真空冷冻干燥后得到亚麻籽胶；

[0011] 3) 亚麻木酚素的提取：将步骤2)获得的脱胶亚麻籽壳与乙醇-氢氧化钠溶液按质量之比1:10~20混合，40℃~70℃的条件下提取2~8h，2500~3500r/min离心10~30min，取上清液，用盐酸调节上清液PH值至中性；上清液减压浓缩，真空冷冻干燥后得到粗亚麻木酚素；

[0012] 4) 亚麻木酚素的纯化：将步骤3)获得的粗亚麻木酚素与50%~80%的乙醇水溶液配成浓度为4~8mg/mL的溶液，用大孔树脂纯化，收集解吸液，减压浓缩，真空冷冻干燥后得到高纯度的亚麻木酚素。

[0013] 如上所述的一种从亚麻籽粕中连续提取亚麻籽胶和亚麻木酚素的方法，步骤1)所述的亚麻籽壳仁分离是根据亚麻籽壳仁韧性及粒径的差异实现亚麻籽壳仁的有效分离，亚麻籽粉碎后过20~30目筛。

[0014] 如上所述的一种从亚麻籽粕中连续提取亚麻籽胶和亚麻木酚素的方法，步骤2)所述的微波辅助热水浸提的条件为：亚麻籽壳与水的质量之比是1:20~30，浸提温度60~100℃，浸提时间40~60min，输出功率600~800W，搅拌速度600~900r/min。

[0015] 如上所述的一种从亚麻籽粕中连续提取亚麻籽胶和亚麻木酚素的方法，步骤3)所述的乙醇-氢氧化钠溶液参数为：乙醇的含量为40%~90%，氢氧化钠溶液浓度为0.2~2mol/L。

[0016] 如上所述的一种从亚麻籽粕中连续提取亚麻籽胶和亚麻木酚素的方法，步骤4)所述的亚麻木酚素纯化过程中，所用大孔树脂为AB-8大孔树脂，室温下吸附时间为4~24h，解吸时间为2~24h，解吸液为30%~70%的乙醇水溶液。

[0017] 本发明具有以下有益效果：

[0018] (1) 本发明从亚麻籽粕中连续提取亚麻籽胶和亚麻木酚素，提供了一种充分利用亚麻籽粕的新途径，同时为制备多种亚麻籽有效成分提供了方便且高效的方法，有效地降低了生产成本，具有能耗低、产品提取率高、经济效益高、环境污染少等优势，适宜规模化生产。

[0019] (2) 本发明将亚麻籽壳仁分离，为不同亚麻籽有效成分的提取纯化提供了便利，且本发明亚麻籽原料来源广泛，方法简单可靠，为扩大亚麻籽的应用范围、提高其经济和社会效益奠定了基础。

具体实施方式

[0020] 以下通过具体实施例进一步描述本发明，但所述发明并不以任何方式限定本发明

专利保护的范围。

[0021] 实施例1

[0022] 取榨油后的亚麻籽粕,粉碎,过20目筛,分别收集过筛后的上层亚麻籽壳和下层亚麻籽仁;将亚麻籽壳与水按质量之比是1:20按混合,保持浸提温度为60℃、微波输出功率600W、搅拌速度600r/min,微波辅助热水浸提亚麻籽胶,浸提40min后,浸提混合物装入离心筒,稍冷却后于3500r/min下离心20min,分别收集上层粘液和下层亚麻籽壳;将上层粘液减压浓缩,控制无水乙醇的加入量,至溶液中乙醇溶液浓度为50%,搅拌醇沉,静置2h,将醇沉液于3500r/min下离心20min,取沉淀,水洗除去乙醇,真空冷冻干燥后得到亚麻籽胶。此条件下亚麻籽胶得率为28.6%(相对亚麻籽壳)。

[0023] 将脱胶亚麻籽壳与乙醇-氢氧化钠溶液(乙醇的含量为40%,氢氧化钠溶液浓度为0.2mol/L)按质量之比1:10混合,40℃的条件下提取2h。之后将混合液于2500r/min离心10min,取上清液,用盐酸溶液调节上清液pH值至中性。上清液减压浓缩,真空冷冻干燥后得到粗亚麻木酚素;将粗亚麻木酚素与50%的乙醇水溶液配成浓度为4mg/mL的溶液,用AB-8大孔树脂进行纯化:室温下振荡吸附4h,待树脂吸附饱和后,滤去吸附液;加入30%乙醇水溶液,室温下振荡解吸2h,过滤。收集解吸液,减压浓缩,真空冷冻干燥后得到高纯度的亚麻木酚素,所得亚麻木酚素纯度为75.8%。

[0024] 实施例2

[0025] 取榨油后的亚麻籽粕,粉碎,过30目筛,分别收集过筛后的上层亚麻籽壳和下层亚麻籽仁;将亚麻籽壳与水按质量之比是1:30按混合,保持浸提温度为100℃、微波输出功率800W、搅拌速度900r/min,微波辅助热水浸提亚麻籽胶,浸提60min后,浸提混合物装入离心筒,稍冷却后于5000r/min下离心30min,分别收集上层粘液和下层亚麻籽壳;将上层粘液减压浓缩,控制无水乙醇的加入量,至溶液中乙醇溶液浓度为90%,搅拌醇沉,静置2h,将醇沉液于5000r/min下离心30min,取沉淀,水洗除去乙醇,真空冷冻干燥后得到亚麻籽胶。此条件下亚麻籽胶得率为29.5%(相对亚麻籽壳)。

[0026] 将脱胶亚麻籽壳与乙醇-氢氧化钠溶液(乙醇的含量为90%,氢氧化钠溶液浓度为2mol/L)按质量之比1:20混合,70℃的条件下提取8h。之后将混合液于3500r/min离心30min,取上清液,用盐酸溶液调节上清液pH值至中性。上清液减压浓缩,真空冷冻干燥后得到粗亚麻木酚素;将粗亚麻木酚素与80%的乙醇水溶液配成浓度为8mg/mL的溶液,用AB-8大孔树脂进行纯化:室温下振荡吸附24h,待树脂吸附饱和后,滤去吸附液;加入70%乙醇水溶液,室温下振荡解吸24h,过滤。收集解吸液,减压浓缩,真空冷冻干燥后得到高纯度的亚麻木酚素,所得亚麻木酚素纯度为78.6%。

[0027] 实施例3

[0028] 取榨油后的亚麻籽粕,粉碎,过20目筛,分别收集过筛后的上层亚麻籽壳和下层亚麻籽仁;将亚麻籽壳与水按质量之比是1:25按混合,保持浸提温度为80℃、微波输出功率700W、搅拌速度700r/min,微波辅助热水浸提亚麻籽胶,浸提50min后,浸提混合物装入离心筒,稍冷却后于4000r/min下离心25min,分别收集上层粘液和下层亚麻籽壳;将上层粘液减压浓缩,控制无水乙醇的加入量,至溶液中乙醇溶液浓度为70%,搅拌醇沉,静置2h,将醇沉液于4000r/min下离心25min,取沉淀,水洗除去乙醇,真空冷冻干燥后得到亚麻籽胶。此条件下亚麻籽胶得率为30.7%(相对亚麻籽壳)。

[0029] 将脱胶亚麻籽壳与乙醇-氢氧化钠溶液(乙醇的含量为70%,氢氧化钠溶液浓度为1mol/L)按质量之比1:15混合,55℃的条件下提取5h。之后将混合液于3500r/min离心20min,取上清液,用盐酸溶液调节上清液pH值至中性;上清液减压浓缩,真空冷冻干燥后得到粗亚麻木酚素。将粗亚麻木酚素与65%的乙醇水溶液配成浓度为6mg/mL的溶液,用AB-8大孔树脂进行纯化:室温下振荡吸附14h,待树脂吸附饱和后,滤去吸附液;加入50%乙醇水溶液,室温下振荡解吸13h,过滤。收集解吸液,减压浓缩,真空冷冻干燥后得到高纯度的亚麻木酚素,所得亚麻木酚素纯度为80.9%。