



# (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102796148 A

(43) 申请公布日 2012. 11. 28

(21) 申请号 201210339318. 3

(22) 申请日 2012. 09. 13

(71) 申请人 上海红马饲料有限公司

地址 201516 上海市金山区漕廊公路 6856 号

(72) 发明人 赵肖 刘国庆 胡卫华 钱晓勇

(74) 专利代理机构 上海申汇专利代理有限公司  
31001

代理人 翁若莹

(51) Int. Cl.

C07H 15/18 (2006. 01)

C07H 1/08 (2006. 01)

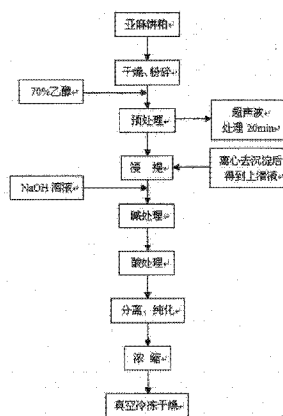
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

## (54) 发明名称

从亚麻饼粕中提取、分离和纯化亚麻木酚素的方法

## (57) 摘要

本发明公开了一种从亚麻饼粕中提取、分离和纯化亚麻木酚素的方法：将干燥的亚麻饼粕粉碎后，加入乙醇溶液，密封浸泡 0.5-1.5h，超声波辅助下处理 20min；然后搅拌浸提后离心，得到亚麻木酚素粗提物；将亚麻木酚素粗提物 pH 值调至 11.5-12.5，搅拌浸提 1.5-2.5h，离心去沉淀，上清液 pH 调至 4.0-4.5；将得到的上清液经过大孔树脂层析吸附；用 20% 乙醇溶液洗脱，得到含亚麻木酚素的醇溶液，用旋转蒸发仪进行浓缩，冷冻干燥，得到亚麻木酚素成品。本发明还公开了由该方法得到的亚麻木酚素。本发明的提取工艺简单，对生产设备要求低，提取效率高，明显优于传统溶剂提取法。



1. 一种从亚麻饼粕中提取、分离和纯化亚麻木酚素的方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 将干燥的亚麻饼粕粉碎后,加入体积浓度为 50-70%乙醇溶液,密封浸泡 0.5-1.5h 后,室温下超声波预处理 20-40min,然后继续搅拌浸提,3~4 个小时后离心,得到沉淀物为亚麻木酚素粗提物,并保留上清液;

(2) 将步骤 (1) 得到的粗提物调节 pH 值至 11.5-12.5,搅拌浸提 1.5-2.5h,保持 pH 值不变,然后离心;步骤 (1) 得到的上清液 pH 值调至 4.0-4.5;

(3) 将步骤 (2) 得到的上清液经过大孔树脂层析吸附;

(4) 层析柱用 20%乙醇溶液洗脱,得到含亚麻木酚素的醇溶液,旋转蒸发仪浓缩,然后真空冷冻干燥,得到亚麻木酚素成品。

2. 如权利要求 1 所述的从亚麻饼粕中提取、分离和纯化亚麻木酚素的方法,其特征在于,所述步骤 (1) 中的亚麻饼粕事先经过干燥、粉碎处理。

3. 如权利要求 1 所述的从亚麻饼粕中提取、分离和纯化亚麻木酚素的方法,其特征在于,所述步骤 (1) 中亚麻饼粕与乙醇溶液的质量体积比为 1g/mL ~ 1g/10mL。

4. 如权利要求 1 所述的从亚麻饼粕中提取、分离和纯化亚麻木酚素的方法,其特征在于,所述步骤 (1) 中超声波预处理的工艺参数为:超声波功率为 300W,时间为 20min。

5. 如权利要求 1 所述的从亚麻饼粕中提取、分离和纯化亚麻木酚素的方法,其特征在于,所述步骤 (1) 中浸提的温度为 50°C ~ 55°C。

6. 如权利要求 1 所述的从亚麻饼粕中提取、分离和纯化亚麻木酚素的方法,其特征在于,所述步骤 (1) 中离心的转速为 1500rpm,时间为 5 ~ 10min。

7. 如权利要求 1 所述的从亚麻饼粕中提取、分离和纯化亚麻木酚素的方法,其特征在于,所述步骤 (2) 中浸提的温度为 50°C ~ 55°C。

8. 如权利要求 1 所述的从亚麻饼粕中提取、分离和纯化亚麻木酚素的方法,其特征在于,所述步骤 (2) 中离心的转速为 3000rpm,时间为 10 ~ 15min。

9. 如权利要求 1 所述的从亚麻饼粕中提取、分离和纯化亚麻木酚素的方法,其特征在于,所述步骤 (3) 中大孔树脂层析吸附过程的温度为室温,洗脱速度为 0.5cm/min。

10. 如权利要求 1 所述的从亚麻饼粕中提取、分离和纯化亚麻木酚素的方法,其特征在于,所述步骤 (4) 中浓缩的条件为:水浴温度 50-60°C,采用真空旋转蒸发仪,浓缩至洗脱液中固形物重量含量达到至少 30%。

## 从亚麻饼粕中提取、分离和纯化亚麻木酚素的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种从亚麻饼粕中提取、分离和纯化亚麻木酚素的方法,属于生物活性物质开发应用领域。

### 背景技术

[0002] 亚麻籽已成为全球第七大油料作物和我国第四大油料作物,亚麻主要种植地区和国家包括加拿大、印度、中国、美国、阿根廷、北欧地区和一些独联体国家,其中加拿大的亚麻籽产量最高。我国亚麻主产区主要分布在华北、西北部地区,甘肃、内蒙、宁夏、河北等省的亚麻籽产量最高,约占全国总产量的 75%,新疆、吉林、陕西、青海次之,西南地区有零星种植。近年来,亚麻籽产量在中国和美国略有增加,亚麻籽中生物活性成分逐渐被研究者发现和认识,食品工业界对亚麻籽的开发利用表现出越来越强的兴趣。其中亚麻木酚素就是一个很重要的发现。

[0003] 亚麻木酚素是亚麻籽中最为重要的生物活性成分之一,是亚麻籽深加工和综合利用不可缺少的一部分。研究报道指出亚麻木酚素主要是 SECO(开环异落叶松树脂酚),另外还有四种含量远低于 SECO 的木酚素类物质(如:罗汉松脂酚、异落叶松脂醇、落叶松脂醇、松脂醇)与 SECO 具有共同母体结构,狭义上常用 SDG(开环异落叶松树脂酚二葡萄糖苷)或 SECO 代指亚麻木酚素。研究还发现,亚麻木酚素是动物木酚素(END、ENL 等)的前体,人体肠道内细菌能将 SDG(开环异落叶松树脂酚二葡萄糖苷)水解转化成 SECO,经过系列微生物的脱羟基和脱甲基作用或氧化作用使 SECO 转化成 END 或 ENL。研究表明,亚麻木酚素是一种植物雌激素,可以一定程度地缓解绝经期症状,对一些癌症具有较好的抑制作用,在辅助治疗狼疮肾炎和糖尿病方面也发挥着有益作用;另外,亚麻木酚素还具有抗病毒,抗氧化的作用,预防骨质疏松,降血脂、预防动脉粥样硬化和冠心病等作用。目前,亚麻木酚素已成为开发功能性食品和食品配料的热点。

[0004] 目前,亚麻木酚素的提取方法主要有溶剂萃取,微波、超声波辅助提取,亚临界水提取法,超临界流体萃取法和酶法提取等。溶剂浸提法由于其操作简单、方便,提取温度低、品质好,使用最早,也最为广泛,容易规模化生产,但是 SECO 得率受到限制,亚临界水提取提取率较高,但条件苛刻,工业应用存在很多问题。酶法提取,成本较高,不利于规模化工业生产应用。本发明,在综合已有学者的研究和报道后,发现通过采用乙醇做溶剂,超声波辅助处理的方法可以有效提高亚麻木酚素的得率。

### 发明内容

[0005] 本发明所要解决的技术问题发现了提高了亚麻木酚素的提取率的一种方法。提取耗时长、溶剂耗量大、提取量低、成本高等缺点,从而提供了一种新的亚麻木酚素的提取方法,改进了传统醇浸提法,在不增加提取成本的同时提高了亚麻木酚素提取产量,缩短了提取时间,减少了溶剂的使用量,为扩大亚麻木酚素的产业应用价值打下基础。

[0006] 为了达到上述目的,本发明提供了一种从亚麻饼粕中提取、分离和纯化亚麻木酚

素的方法,其特征在于,包括以下步骤:

[0007] (1) 将干燥的亚麻饼粕粉碎后,加入体积浓度为 50-70% 的乙醇溶液,密封浸泡 0.5-1.5h 后,室温下超声波预处理 20-40min,然后继续搅拌浸提,3~4 个小时后离心,得到沉淀物为亚麻木酚素粗提物,并保留上清液;

[0008] (2) 将步骤 (1) 得到的粗提物调节 pH 值至 11.5-12.5,搅拌浸提 1.5-2.5h,保持 pH 值不变,然后离心;步骤 (1) 得到的上清液 pH 值调至 4.0-4.5;

[0009] (3) 将步骤 (2) 得到的上清液经过大孔树脂层析吸附;

[0010] (4) 层析柱用 20% 乙醇溶液洗脱,得到含亚麻木酚素的醇溶液,旋转蒸发仪浓缩,然后真空冷冻干燥,得到亚麻木酚素成品。

[0011] 优选地,所述步骤 (1) 中的亚麻饼粕事先经过干燥、粉碎处理。

[0012] 优选地,所述步骤 (1) 中亚麻饼粕与乙醇溶液的质量体积比为 1g/5mL~1g/10mL。

[0013] 优选地,所述步骤 (1) 中超声波预处理的工艺参数为:超声波功率为 300W,时间为 20min。

[0014] 优选地,所述步骤 (1) 中浸提的温度为 50℃~55℃。

[0015] 优选地,所述步骤 (1) 中离心的转速为 1500rpm,时间为 5~10min。

[0016] 优选地,所述步骤 (2) 中浸提的温度为 50℃~55℃。

[0017] 优选地,所述步骤 (2) 中离心的转速为 3000rpm,时间为 10~15min。

[0018] 优选地,所述步骤 (3) 中大孔树脂层析吸附过程的温度为室温,洗脱速度为 0.5cm/min。

[0019] 优选地,所述步骤 (4) 中浓缩的条件为:水浴温度 50-60℃,采用真空旋转蒸发仪,浓缩至洗脱液中固形物重量含量达到至少 30%。

[0020] 本发明还提供了一种由上述工艺提取得到的亚麻木酚素。

[0021] 本发明使用的试剂、原料和设备皆市售可得,且所用化学试剂纯度至少均为食品级。

[0022] 本发明的积极进步效果在于:

[0023] (1) 本发明采用的亚麻饼粕是榨油工业的副产物,有效利用了资源,变废为宝。

[0024] (2) 本发明采用 70% 乙醇浸提,超声波辅助处理来破碎亚麻细胞壁,从而有助于亚麻木酚素的释放,提高了亚麻木酚素的产率。

[0025] (3) 本发明工艺操作简单,流程方便易操作,条件要求不高,而且得到的亚麻木酚素相对纯度比较高。

## 附图说明

[0026] 图 1 为本发明提供的从亚麻饼粕中提取、分离和纯化亚麻木酚素的方法的工艺流程图。

## 具体实施方式

[0027] 为使本发明更明显易懂,兹以优选实施例,并配合附图作详细说明如下。

[0028] 实施例 1

[0029] (1) 将干燥的亚麻饼粕粉碎后,过 100 目筛,称取 100g,加入适量 70% 乙醇溶液

500ml,密封浸泡 1.5h 后,置于超声波设备之中,功率设置为 300W,温度为室温,处理 20min,然后继续搅拌浸提,3 个小时后,1500rpm 离心 10min,去沉淀,得到上清液;

[0030] (2) 向上一步得到的上清液中加入 NaOH 溶液调节  $\text{pH} = 12$ ,搅拌浸提 2.5h,此过程中保持  $\text{pH} = 12$  不变,3000rpm 离心 10min,上清液用 HCl 溶液中和, $\text{pH}$  调至 4.0;

[0031] (3) 将上一步得到的粗提物经过 AB-8 型大孔树脂层析吸附,流速控制在 0.5cm/min;

[0032] (4) 用 20%乙醇溶液洗脱,得到含亚麻木酚素的醇溶液,60℃水浴条件下,真空旋转蒸发仪浓缩,得到的浓缩产物进一步真空冷冻干燥,即得到亚麻木酚素成品。本实施例得到的亚麻木酚素提取率为 15.51mg/g,亚麻木酚素成品的纯度  $\geq 85\%$ 。

#### [0033] 实施例 2

[0034] (1) 将干燥的亚麻饼粕粉碎后,过 100 目筛,称取 100g,加入适量 60%乙醇溶液 800ml,密封浸泡 1h 后,置于超声波设备之中,功率设置为 300W,温度为室温,处理 30min,然后继续搅拌浸提,3.5 个小时后,1500rpm 离心 5min,去沉淀,得到上清液;

[0035] (2) 向上一步得到的上清液中加入 NaOH 溶液调节  $\text{pH} = 12.5$ ,搅拌浸提 2h,此过程中保持  $\text{pH} = 12.5$  不变,3000rpm 离心 10min,上清液用 HCl 溶液中和, $\text{pH}$  调至 4.2;

[0036] (3) 将上一步得到的粗提物经过 AB-8 大孔树脂层析吸附,流速控制在 0.5cm/min;

[0037] (4) 用 20%乙醇溶液洗脱,得到含亚麻木酚素的醇溶液,55℃水浴条件下,真空旋转蒸发仪浓缩,得到的浓缩产物进一步真空冷冻干燥,即得到亚麻木酚素成品。本实施例得到的亚麻木酚素提取率为 15.28mg/g,亚麻木酚素成品的纯度  $\geq 85\%$ 。

#### [0038] 实施例 3

[0039] (1) 将干燥的亚麻饼粕粉碎后,过 100 目筛,称取 100g,加入适量 50%乙醇溶液 1000ml,密封浸泡 0.5h 后,置于超声波设备之中,功率设置为 300W,温度为室温,处理 40min,然后继续搅拌浸提,4 个小时后,1500rpm 离心 5min,去沉淀,得到上清液;

[0040] (2) 向上一步得到的上清液中加入 NaOH 溶液调节  $\text{pH} = 11.5$ ,搅拌浸提 1.5h,此过程中保持  $\text{pH} = 11.5$  不变,3000rpm 离心 10min,上清液用 HCl 溶液中和, $\text{pH}$  调至 4.5;

[0041] (3) 将上一步得到的粗提物经过 AB-8 大孔树脂层析吸附,流速控制在 0.5cm/min;

[0042] (4) 用 20%乙醇溶液洗脱,得到含亚麻木酚素的醇溶液,50℃水浴条件下,真空旋转蒸发仪浓缩,得到的浓缩产物进一步真空冷冻干燥,即得到亚麻木酚素成品。本实施例得到的亚麻木酚素提取率为 15.34mg/g,亚麻木酚素成品的纯度  $\geq 85\%$ 。

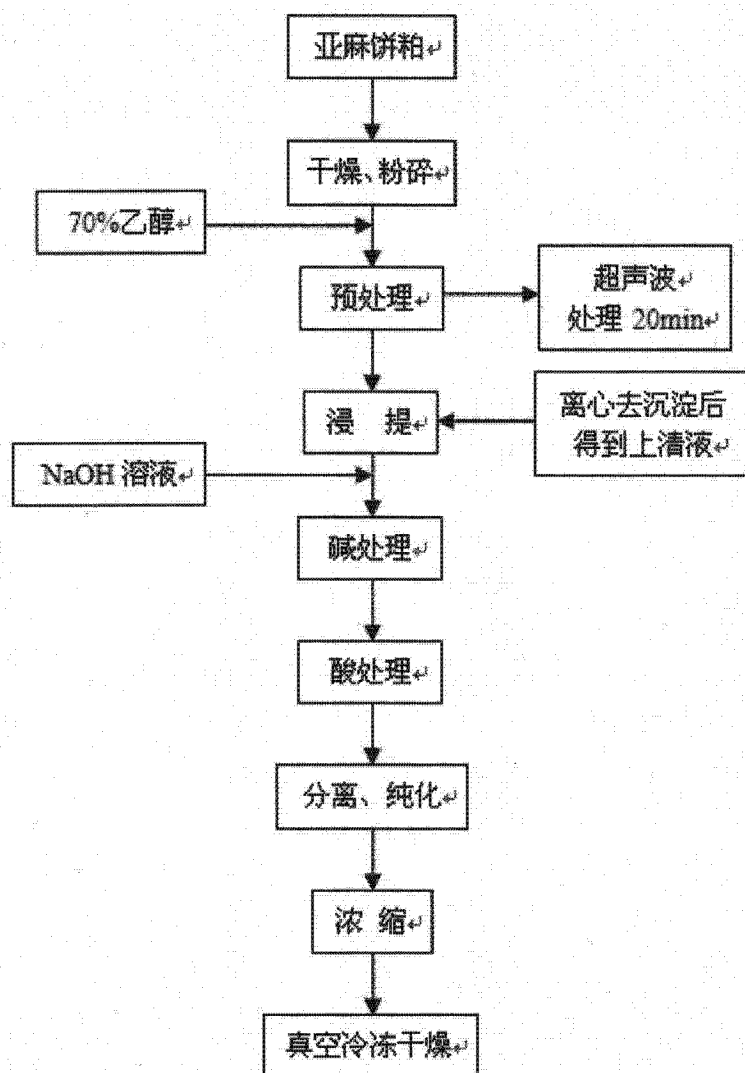


图 1