



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103073532 A

(43) 申请公布日 2013. 05. 01

(21) 申请号 201210491791. 3

(22) 申请日 2012. 11. 28

(71) 申请人 北京林业大学

地址 100083 北京市海淀区清华东路 35 号
北京林业大学

(72) 发明人 孙爱东 陈健 陶晓赞 李路宁
张师

(51) Int. Cl.

C07D 311/62(2006. 01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种提高蓝莓花青素含量和纯度的处理方法

(57) 摘要

本发明涉及一种提高蓝莓花青素含量和纯度的处理方法。其处理步骤包括:准确称取蓝莓鲜果 20g,用蒸馏水洗净,晾干表面水分后,粉碎、匀浆,放入三角瓶中,2%的盐酸-甲醇为提取溶剂,设置溶剂与鲜果的比值为 5~20,提取 pH 值为 1.5~2.5,纤维素酶占鲜果重量比为 1-4%,酶解温度为 40~70℃,酶解反应时间 1h。水浴提取完毕进行抽滤,将所得滤液旋转蒸发,冷冻干燥得蓝莓花青素粗提物。经高效液相色谱测定,蓝莓花青素含量 5.15~5.65mg/100g。而用传统的只加溶剂浸提法处理的蓝莓花青素含量为 3.65mg/100g。采用这种方法处理蓝莓花青素,操作简单,成本低,污染少,产品含量高。对蓝莓花青素活性成分的损耗远远低于只加溶剂处理技术,且得到的蓝莓花青素粉末纯度要远远高于市售的蓝莓花青素产品。

1. 纤维素酶提取蓝莓花青素的处理方法,其处理步骤包括:准确称取蓝莓鲜果 20g,用蒸馏水洗净,晾干表面水分后,粉碎、匀浆,放入三角瓶中,2%的盐酸-甲醇为提取溶剂,设置溶剂与鲜果的比值为 5~20,提取 pH 值为 1.5~2.5,纤维素酶占鲜果重量比为 1-4%,酶解温度为 40~70℃,酶解反应时间 1h。水浴提取完毕进行抽滤,将所得滤液旋转蒸发,冷冻干燥得蓝莓花青素粗提物。经高效液相色谱测定,蓝莓花青素含量为 5.15~5.65mg/100g。

2. 根据权利要求 1 所述的纤维素酶提取蓝莓花青素的处理方法,其特征是:大孔吸附树脂纯化蓝莓花青素粗提物的工艺参数为:选用最优的 NKA-9 大孔树脂进行纯化,设置蓝莓花青素液浓度为 0.5~4mg/mL,吸附 pH 值为 2~7,进样速率 0.5~2.5mL/min;乙醇浓度 20~100%,洗脱液体积为 5~25 倍样品液体积。最后经旋转蒸发,冷冻干燥可得到纯度为 33.8~35.1%的蓝莓花青素粉末。

3. 根据权利要求 1 所述的纤维素酶提取蓝莓花青素处理方法,其特征是:所述溶剂与鲜果的比值为优选为 15:1。

4. 根据权利要求 1 所述的纤维素酶提取蓝莓花青素处理方法,其特征是:所述提取 pH 值优选为 2.5。

5. 根据权利要求 1 所述的纤维素酶提取蓝莓花青素处理方法,其特征是:所述纤维素酶占鲜果重量比为 3%。

6. 根据权利要求 1 所述的纤维素酶提取蓝莓花青素处理方法,其特征是:所述酶解温度优选为 70℃。

7. 根据权利要求 1 所述的纤维素酶提取蓝莓花青素处理方法,其特征是:所述蓝莓花青素液浓度优选为 2.5mg/mL。

8. 根据权利要求 1 所述的纤维素酶提取蓝莓花青素处理方法,其特征是:所述乙醇浓度优选为 75%。

9. 根据权利要求 1 所述的纤维素酶提取蓝莓花青素处理方法,其特征是:所述吸附 pH 值优选为 4.5。

10. 根据权利要求 1 所述的纤维素酶提取蓝莓花青素处理方法,其特征是:所述进样速率值优选为 1.0mL/min。

11. 根据权利要求 1 所述的纤维素酶提取蓝莓花青素处理方法,其特征是:所述洗脱液与样品液体积比优选为 20:1。

一种提高蓝莓花青素含量和纯度的处理方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种提高蓝莓花青素含量和纯度的处理方法。

背景技术

[0002] 蓝莓 (blueberry), 又称越橘、蓝浆果, 属杜鹃花科 (Ericaceae) 越橘属 (Vaccinium. spp), 多年生落叶或常绿灌木。蓝莓果实多为深蓝色, 被白霜, 近圆形, 营养丰富。蓝莓中含有丰富的功能性成分, 如维生素、果胶、SOD、矿物质元素等, 尤其是花青素含量居各种水果之冠, 一般 100g 鲜蓝莓含有花色苷 100-200mg 左右, 被誉为“浆果之王”。蓝莓含有的花青素、多酚等活性物质使之具有抗氧化、抗衰老、抗肿瘤、改善视力、保护神经、预防心脑血管疾病、增强机体免疫力等功能, 因此蓝莓被联合国粮农组织 (FAO) 确定为人类五大健康食品之一。

[0003] 蓝莓花青素的提取方法很多, 但传统的方法如溶剂浸提法会直接影响其生物活性及产率降低, 而酶解法能最大限度从植物体内提取有效成分, 酶解反应既可以较温和地将植物组织分解, 较大幅度提高得率, 同时还不易破坏成分的立体结构。

[0004] 蓝莓花青素粗提物中的花青素含量较低, 需要进一步的分离纯化。大孔吸附树脂是一类有机高分子聚合物吸附剂, 它具有物理化学稳定性高、吸附容量大、选择性好、吸附速度快、解吸容易、可反复使用等优点, 可作为今后天然活性成分提取、精制的一种有效方法

发明内容

[0005] 本发明所要解决的技术问题是提供一种提高蓝莓花青素含量和纯度的处理方法。

[0006] 为解决上述技术问题, 本发明采用下列技术方案:

[0007] 纤维素酶提取蓝莓花青素的处理方法, 其处理步骤包括: 准确称取蓝莓鲜果 20g, 用蒸馏水洗净, 晾干表面水分后, 粉碎、匀浆, 放入三角瓶中, 2% 的盐酸-甲醇为提取溶剂, 设置溶剂与鲜果的比值为 5~20, 提取 pH 值为 1.5~2.5, 纤维素酶占鲜果重量比为 1-4%, 酶解温度为 40~70℃, 酶解反应时间 1h。水浴提取完毕进行抽滤, 将所得滤液旋转蒸发, 冷冻干燥得蓝莓花青素粗提物。经高效液相色谱测定, 蓝莓花青素含量为 5.15~5.65mg/100g。而用传统的只加溶剂浸提法处理的蓝莓花青素含量为 3.65mg/100g。

[0008] 大孔吸附树脂纯化蓝莓花青素粗提物的工艺参数为: 选用最优的 NKA-9 大孔树脂进行纯化, 设置蓝莓花青素液浓度为 0.5~4mg/mL, 吸附 pH 值为 2~7, 进样速率 0.5~2.5mL/min; 乙醇浓度 20~100%, 洗脱液体积为 5~25 倍样品液体积。最后经旋转蒸发, 冷冻干燥可得到纯度为 33.8~35.1% 的蓝莓花青素粉末, 其纯度为市售的蓝莓花青素粉末的 2 倍多。

[0009] 溶剂与鲜果的比值为优选为 15:1。

[0010] 提取 pH 值优选为 2.5。

[0011] 纤维素酶占鲜果重量比为 3%。

- [0012] 酶解温度优选为 70℃。
- [0013] 蓝莓花青素液浓度优选为 2.5mg/mL。
- [0014] 乙醇浓度优选为 75%。
- [0015] 吸附 pH 值优选为 4.5。
- [0016] 进样速率值优选为 1.0mL/min。
- [0017] 洗脱液与样品液体积比优选为 20 : 1。
- [0018] 该技术方案有以下功效：
- [0019] 1. 本发明采用纤维素酶提取蓝莓花青素，操作简单，成本低，污染少，产品含量高。
- [0020] 2. 本技术对蓝莓花青素活性成分的损耗远远低于只加溶剂处理技术。
- [0021] 3. 通过本技术处理得到的蓝莓花青素粉末纯度要远远高于市售的蓝莓花青素产品。

具体实施方案

[0022] 实施例 1

[0023] 称取蓝莓鲜果 20g，用蒸馏水洗净，晾干表面水分后，粉碎、匀浆，放入三角瓶中，2%的盐酸-甲醇为提取溶剂，溶剂与鲜果的比值为 15 : 1，pH 为 2.5，加酶量 3%，酶解温度 70℃，酶解反应时间 1h。经高效液相色谱测定，蓝莓花青素含量为 5.42mg/100g。

[0024] NKA-9 大孔树脂对得到的粗提物进行纯化，蓝莓花青素液浓度 2.5mg/mL，吸附 pH 值 4.5，进样速率 1.0mL/min，乙醇浓度 75%，洗脱液与样品液体积比 20 : 1，可得到纯度为 34.2%的蓝莓花青素粉末。

[0025] 实施例 2

[0026] 称取蓝莓鲜果 20g，用蒸馏水洗净，晾干表面水分后，粉碎、匀浆，放入三角瓶中，2%的盐酸-甲醇为提取溶剂，溶剂与鲜果的比值为 15 : 1，pH 为 2.5，加酶量 4%，酶解温度 70℃，酶解反应时间 1h。经高效液相色谱测定，蓝莓花青素含量为 5.65mg/100g。

[0027] NKA-9 大孔树脂对得到的粗提物进行纯化，蓝莓花青素液浓度 2.0mg/mL，吸附 pH 值 4.5，进样速率 1.0mL/min，乙醇浓度 75%，洗脱液与样品液体积比 20 : 1，可得到纯度为 34.7%的蓝莓花青素粉末。

[0028] 实施例 3

[0029] 称取蓝莓鲜果 20g，用蒸馏水洗净，晾干表面水分后，粉碎、匀浆，放入三角瓶中，2%的盐酸-甲醇为提取溶剂，溶剂与鲜果的比值为 15 : 1，pH 为 2.0，加酶量 3%，酶解温度 70℃，酶解反应时间 1h。经高效液相色谱测定，蓝莓花青素含量为 5.35mg/100g。

[0030] NKA-9 大孔树脂对得到的粗提物进行纯化，蓝莓花青素液浓度 2.5mg/mL，吸附 pH 值 4.5，进样速率 1.0mL/min，乙醇浓度 70%，洗脱液与样品液体积比 20 : 1，可得到纯度为 35.1%的蓝莓花青素粉末。

[0031] 实施例 4

[0032] 称取蓝莓鲜果 20g，用蒸馏水洗净，晾干表面水分后，粉碎、匀浆，放入三角瓶中，2%的盐酸-甲醇为提取溶剂，溶剂与鲜果的比值为 20 : 1，pH 为 2.0，加酶量 3%，酶解温度 70℃，酶解反应时间 1h。经高效液相色谱测定，蓝莓花青素含量为 5.15mg/100g。

[0033] NKA-9 大孔树脂对得到的粗提物进行纯化，蓝莓花青素液浓度 2.5mg/mL，吸附 pH

值 6.5, 进样速率 1.0mL/min, 乙醇浓度 70%, 洗脱液与样品液体积比 20 : 1, 可得到纯度为 33.8% 的蓝莓花青素粉末。