



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110922442 A

(43)申请公布日 2020.03.27

(21)申请号 201911336954.9

(22)申请日 2019.12.23

(71)申请人 吉林化工学院

地址 132000 吉林省吉林市龙潭区承德街  
45号

申请人 吉林省彩森仁生物科技有限责任公司

(72)发明人 成乐琴 张跃伟 李延春 梁志齐  
李玲

(74)专利代理机构 吉林省长春市新时代专利商  
标代理有限公司 22204

代理人 石岱

(51)Int.Cl.

C07J 17/00(2006.01)

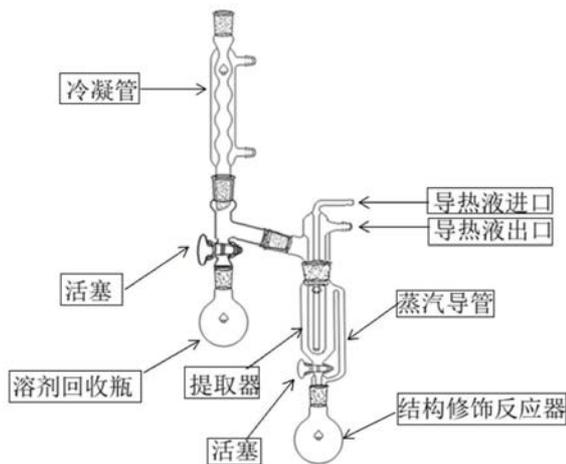
权利要求书1页 说明书4页 附图3页

(54)发明名称

一种绿色制备富含稀有人参皂苷Rg3、Rg5的人参提取物的方法

(57)摘要

本发明涉及一种富含稀有人参皂苷Rg3、Rg5的人参提取物的制备方法,该方法以人参属植物的根为原料,水果汁中的果酸为结构修饰剂,通过一步操作,将人参皂苷的高效提取、人参皂苷的结构修饰、人参提取物与人参渣的固液分离以及人参提取物的浓缩于一体,制备富含稀有人参皂苷Rg3、Rg5的人参提取物。本发明方法无需后期固液分离,可梯度提取,提取效率高,保留人参和水果的营养成分,成本低廉、绿色环保,可直接食用等特点。



1. 一种富含稀有人参皂苷Rg3、Rg5的人参提取物的制备方法,其特征在于:该方法的具体步骤如下:

步骤一、提取修饰装置准备;

步骤二、向提取器中加入一份人参属植物的根粉,然后再加入5~20倍重量体积比的水、或乙醇、或水和乙醇的不同体积比的混合溶剂,向结构修饰反应器中加入10~30倍重量体积比的水、或乙醇、或水和乙醇的不同体积比的混合溶剂和0.25~5倍重量体积比的单一水果的果汁或多种水果的果汁混合液;提取器控温20~100℃、结构修饰反应器加热温度90~150℃,进行人参皂苷的提取和结构修饰;当提取器中开始有结构修饰反应器中的新鲜的提取溶剂顺着提取器侧管蒸发,在冷凝管被冷凝产生回流液时,打开提取器下端的活塞,使提取器中的人参皂苷提取溶液回流到结构修饰反应器中进行结构修饰,并通过控制活塞,使提取器的液面保持基本恒定,即提取器中来自于结构修饰反应器的新鲜溶剂的增加速度与提取溶液通过提取器下端活塞回流到结构修饰反应器中的速度保持动态平衡,共梯度提取和结构修饰1-6h,在50摄氏度下减压浓缩得富含稀有人参皂苷Rg3、Rg5的人参属植物提取物。

2. 根据权利要求1所述的一种富含稀有人参皂苷Rg3、Rg5的人参提取物的制备方法,其特征在于:步骤二中所述人参属植物可以是人参或西洋参或三七,可以是全根或主根或须根。

3. 根据权利要求1所述的一种富含稀有人参皂苷Rg3、Rg5的人参提取物的制备方法,其特征在于:步骤二提取器中提取溶剂乙醇水溶液的浓度0-100%,结构修饰反应器中乙醇水溶液的的浓度0-100%。

4. 根据权利要求1所述的一种富含稀有人参皂苷Rg3、Rg5的人参提取物的制备方法,其特征在于:在结构修饰反应器中用于结构修饰剂的水果汁是柠檬汁、猕猴桃汁、橘子汁、脐橙汁、葡萄汁、菠萝汁。

## 一种绿色制备富含稀有人参皂苷Rg3、Rg5的人参提取物的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及天然化合物的提取及结构修饰, 隶属天然化合物的提取及改性领域, 具体地说涉及一种富含稀有人参皂苷Rg3、Rg5的人参提取物的制备方法。

### 背景技术

[0002] 人参含有人参皂苷、人参多糖、氨基酸、挥发油、维生素、生物碱、有机酸等成分, 其中人参皂苷被认为是人参最具代表性的活性成分。大量的研究表明, 人参皂苷经过结构修饰得到的稀有人参皂苷Rg3、Rg5、Rh2、compound K等显示出更好的药理活性。

[0003] 稀有人参皂苷Rg3、Rg5的传统的制备方法包括蒸制法、化学法、生物法等。蒸制法是将人参在一定温度下长时间蒸煮和干燥过程中, 使人参中的主要原人参二醇组皂苷Rb1、Rb2、Rb3、Rc、Rd转变成稀有人参皂苷Rg3、Rg5的方法, 该方法需要较长的蒸制时间, 而且蒸制后还需再提取才能得到稀有人参皂苷Rg3、Rg5富集的人参提取物。化学法是通过化学试剂的处理, 可以加快主要人参皂苷Rb1、Rb2、Rb3、Rc、Rd向稀有人参皂苷Rg3、Rg5的转化, 现有的技术是从人参粉或原人参二醇组皂苷Rb1、Rb2、Rb3、Rc、Rd混合物为原料制备。例如, 专利ZL201610150439.1《一种提取人参皂苷Rg5的方法》研究了从人参粉一步法直接制备人参皂苷Rg5的方法, 该法采用各种化学酸试剂作催化剂, 人参皂苷Rg5的制备效率高, 但有一定的环境污染, 制备的稀有人参皂苷与人参粉渣混在一起, 需要过滤以及对人参渣的萃取过程, 更为重要的是产品不能直接转变成食品。专利ZL201310030604.6《鲜葡萄汁催化下水解原人参二醇组皂苷制备人参皂苷Rg3的方法》研究了利用葡萄汁绿色制备稀有人参皂苷Rg3的方法。该方法用葡萄汁制备人参皂苷Rg3, 绿色环保, 但原料是原人参二醇组皂苷Rb1、Rb2、Rb3、Rc、Rd的混合物, 即需要从人参先分离原人参二醇组皂苷Rb1、Rb2、Rb3、Rc、Rd, 再进行结构修饰。如果采用ZL201610150439.1方法直接从人参粉利用葡萄汁提取人参皂苷, 不仅还需要提取液与人参渣的固液分离过程, 而且制备的部分稀有人参皂苷以及水果成分中的固形物与人参渣混在一起, 影响提取率和营养成分的流失。

[0004] 现有的制备稀有人参皂苷Rg3、Rg5工艺制备时间长, 操作相对繁琐, 得率和制备效率低。以人参粉为起始原料时, 需要花费大量的时间制备加工人参---红参或黑参(紫参), 再用溶剂反复提取(JO S K, KIM I S, YOON K S, et al. Preparation of ginsenosides Rg3, Rk1, and Rg5-selectively enriched ginsengs by a simple steaming process [J]. European Food Research and Technology, 2015, 240 (1): 251-256.), 此种方法将稀有人参皂苷的生成过程和提取过程分开进行, 生成过程需要反复的蒸制和干燥过程, 操作麻烦, 提取过程需要反复多次提取, 总的来说制备效率低。传统的方法中, 如果人参皂苷为原料时, 首先需要从人参属植物根提取分离人参皂苷, 再通过结构修饰制备稀有人参皂苷Rg3和Rg5(孙成鹏, 高维平, 赵宝中等. 柠檬催化转化原人参二醇组皂苷制备人参皂苷Rg5的初步研究[J]. 中成药, 2013, 35 (12): 2694-2698. 刘慧颖, 王承潇, 杨野等. 微波辅助降解三七茎叶总皂苷生成人参皂苷Rg5的工艺研究[J]. 中草药, 2018 (14): 3245-3251.). 此种方法

也将人参皂苷的提取和结构修饰分开进行,操作相对麻烦。郭丹丹等将人参须根粉为原料,化学酸试剂存在下,通过提取的方法制备了稀有人参皂苷Rg5,显著提高了人参皂苷Rg5的制备效率,但溶剂浓度固定不变,不利于不同极性人参皂苷的全面提取,而且制备过程中原料与提取物混在一起不能分离,因此提取结束,还需要固液分离以及对固体的人参渣部分萃取等操作。

## 发明内容

[0005] 本发明的目的在于利用富含果酸的水果汁为结构修饰剂,以人参属植物的根为起始原料,开发一种一步法绿色制备富含稀有人参皂苷Rg3、Rg5的简单易行的方法。该方法无需后期固液分离,可梯度提取,提取效率高,保留人参和水果的营养成分,成本低廉、绿色环保,可直接食用等特点。

[0006] 本发明的目的是这样实现的,一种绿色制备富含稀有人参皂苷Rg3、Rg5的人参提取物的方法,该方法以人参属植物的根为原料,水果汁中的果酸为结构修饰剂,通过一步操作,将人参皂苷的高效提取、人参皂苷的结构修饰、人参提取物与人参渣的固液分离以及人参提取物的浓缩于一体,制备富含稀有人参皂苷Rg3、Rg5的人参提取物。

[0007] 该方法的具体步骤如下:

[0008] 步骤一、提取修饰装置准备;所述提取修饰装置包括一个提取器和一个结构修饰反应器;

[0009] 步骤二、向提取器中加入一份人参属植物的根,然后再加入5~20倍体积(体积重量比,v/m)的水、或乙醇、或水和乙醇的不同体积比的混合溶剂,向结构修饰反应器中加入10~30倍体积(体积重量比,v/m)的水、或乙醇、或水和乙醇的不同体积比的混合溶剂和0.25~5倍(体积重量比,v/m)的单一水果的果汁或多种水果的果汁混合液;提取器控温20~100℃、结构修饰反应器加热温度90~150℃,进行人参皂苷的提取和结构修饰;当提取器中开始有结构修饰反应器中的新鲜的提取溶剂顺着提取器侧管蒸发,在冷凝管被冷凝后产生的回流液时,打开提取器下端的活塞,使提取器中的人参皂苷提取溶液回流到结构修饰反应器中进行结构修饰,期间通过控制活塞,使提取器的液面保持基本恒定,即提取器中来自于结构修饰反应器的新鲜溶剂的增加速度与提取溶液通过提取器下端活塞回流到结构修饰反应器中的速度保持动态平衡,共梯度提取和结构修饰1-6h,在50摄氏度下减压浓缩得富含稀有人参皂苷Rg3、Rg5的人参属植物提取物。

[0010] 所述步骤二中人参属植物可以是人参或西洋参或三七,可以是全根或主根或须根。

[0011] 所述步骤二提取器中提取溶剂乙醇水溶液的浓度0-100%,结构修饰反应器中乙醇水溶液的的浓度0-100%。

[0012] 所述步骤二中在结构修饰反应器中用于结构修饰剂的水果汁是在结构修饰反应器中用于结构修饰剂的水果汁是柠檬汁、猕猴桃汁、橘子汁、脐橙汁、葡萄汁、菠萝汁。

[0013] 与现有技术相比,本发明有益效果是:

[0014] 1、本发明在果酸作用下,人参属植物的根为原料,直接高效绿色制备富含稀有人参皂苷Rg3、Rg5的人参提取物。与现有技术技术相比,首先,将过去的提取,结构修饰,固液分离,萃取,浓缩等分散操作以及多次提取等集于一步操作中,有效提高了制备效率。第二,

将过去的用一种提取剂等度提取转变为提取剂浓度不断改变的梯度提取,可以更好地提取不同极性大小的人参皂苷。第三,本方法是提取过程中直接完成固液分离,因此无需对被提取的固体部分的萃取操作,是一种更高效、方便的制备富含稀有人参皂苷Rg3、Rg5的人参提取物方法。

[0015] 2、本发明方法中,如果采用乙醇和水混合溶剂,提取器中的提取溶剂极性可发生变化,因此可以实现不同极性的提取溶剂梯度提取,便于不同极性人参皂苷的提取,提高人参皂苷提取量。

[0016] 3、本发明方法提取过程和结构修饰过程在两个反应器内进行,人参属植物根的提取物经固液分离,转移到结构修饰反应器内进行结构修饰,而结构修饰反应器内的提取溶剂重新蒸发冷凝,作为新鲜溶剂回流到提取器中,并对人参属植物根进一步提取,相当于不断地用新鲜溶剂对人参属植物根进行连续的循环动态提取,可有效提高提取效率。

[0017] 4、本发明方法中,如果采用乙醇和水混合溶剂,可以使提取器中提取溶剂极性与结构修饰器中溶剂极性不相同,提取器中提取溶剂极性逐渐降低,即乙醇含量增多,有助于提高主要人参皂苷的提取,提高提取效率;另一方面,结构修饰反应器中溶剂极性逐渐增大,即水含量增多,有助于果汁中的果酸更好地解离质子,提高人参皂苷Rg3、Rg5的生成效率。

## 附图说明

[0018] 图1是本发明方法采用的实验装置结构图。

[0019] 图2是本发明方法实验过程模拟图。

[0020] 图3是本发明方法制备的人参皂苷Rg3、Rg5的生成路径图。

[0021] 图4是本发明富含稀有人参皂苷Rg3、Rg5的人参提取物的制备工艺路线图。

[0022] 图5无果汁和有果汁下人参须根粉提取物的HPLC分析图。

## 具体实施方式

[0023] 下面结合实施例详细说明本发明的具体实施方式:

[0024] 对比例:

[0025] 一种绿色制备富含稀有人参皂苷Rg3、Rg5的人参提取物的方法,该方法的具体步骤如下:

[0026] 步骤一、准备提取修饰装置(如图1、2所示),所述提取修饰装置包括一个提取器和一个结构修饰反应器,所述提取修饰装置为现有技术(专利号为201720660247.5的“多功能改进型索氏提取器”);

[0027] 步骤二、向提取器中加入2g人参须根粉,15mL 70%乙醇水溶液作初始提取溶剂,向结构修饰反应器中加入15mL 70%乙醇水溶液;提取器控温50℃、结构修饰反应器加热温度110℃,进行人参皂苷的提取;当提取器中开始有结构修饰反应器中的新鲜的提取溶剂顺着提取器侧管蒸发,在冷凝管被冷凝后的回流液时,打开提取器下端的活塞,使提取器中的提取溶液回流到结构修饰反应器中,并通过控制活塞,使提取器的液面保持基本恒定,即提取器中来自于结构修饰反应器的新鲜溶剂的增加速度与提取溶液通过提取器下端活塞回流到结构修饰反应器中的速度保持动态平衡,共加热提取3h。提取结束,关闭提取器下端活

塞,50℃下浓缩制得人参皂苷提取物。

[0028] 取25分之1上述制得的人参皂苷提取物,加饱和碳酸钠中和至pH6-7,45℃下旋转蒸发仪浓缩至干,溶于4mL色谱纯甲醇,用0.22μm滤头过滤进行HPLC分析(HPLC图见图5-B),人参提取物中稀有人参皂苷Rg3(包括S-Rg3和R-Rg3)、Rg5的生成量分别是2.33mg和1.31mg,相当于没有果汁时每克人参须根粉通过一步法提取可以得到1.17mg和0.66mg人参皂苷Rg3、Rg5。

[0029] 实施例:

[0030] 由附图1、2所示:一种绿色制备富含稀有人参皂苷Rg3、Rg5的人参提取物的方法,该方法的具体步骤如下:

[0031] 步骤一、准备提取修饰装置(如图1所示),所述提取修饰装置包括一个提取器和一个结构修饰反应器,所述提取修饰装置为现有技术(专利号为201720660247.5的“多功能改进型索氏提取器”);

[0032] 步骤二、向提取器中加入2g人参须根粉,15mL 70%乙醇水溶液作初始提取溶剂,向结构修饰反应器中加入15mL 70%乙醇水溶液和2mL柠檬汁;提取器控温50℃、结构修饰反应器加热温度110℃,进行人参皂苷的提取和结构修饰;当提取器中开始有结构修饰反应器中的新鲜的提取溶剂顺着提取器侧管蒸发,在冷凝管被冷凝后的回流液时,打开提取器下端的活塞,使提取器中的提取溶液回流到结构修饰反应器中,并通过控制活塞,使提取器的液面保持基本恒定,即提取器中来自于结构修饰反应器的新鲜溶剂的增加速度与提取溶液通过提取器下端活塞回流到结构修饰反应器中的速度保持动态平衡,共加热提取3h。提取结束,关闭提取器下端活塞,50℃下浓缩制得人参皂苷提取物。

[0033] 取25分之1上述制得的人参皂苷提取物,加饱和碳酸钠中和至pH6-7,45℃下旋转蒸发仪浓缩至干,溶于4mL色谱纯甲醇,用0.22μm滤头过滤进行HPLC分析(HPLC图见图5-A),人参提取物中稀有人参皂苷Rg3(包括S-Rg3和R-Rg3)、Rg5的生成量分别是47.0mg和20.6mg,相当于每克人参须根粉通过一步法提取和结构修饰以后可以得到23.5mg和10.3mg人参皂苷Rg3、Rg5。

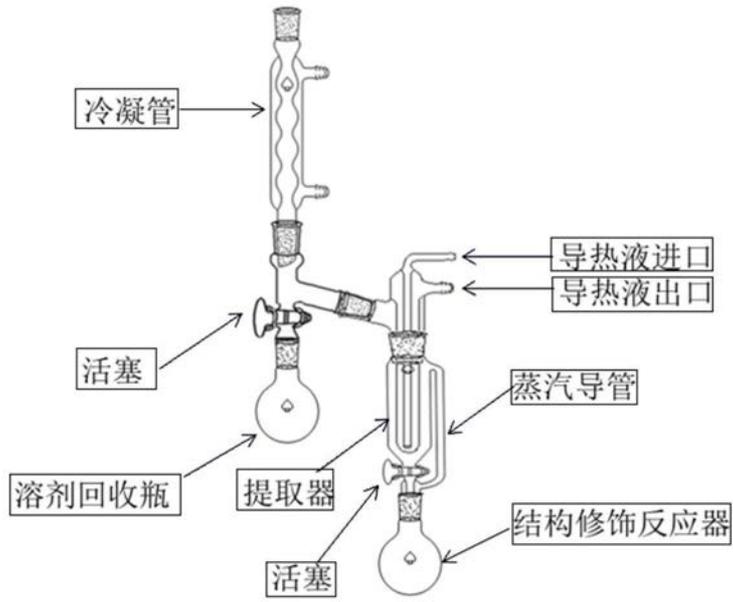


图1

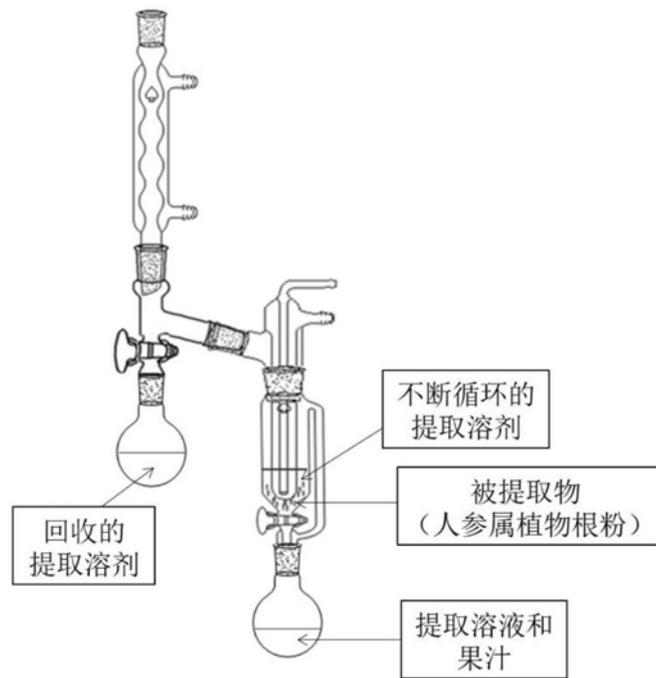


图2

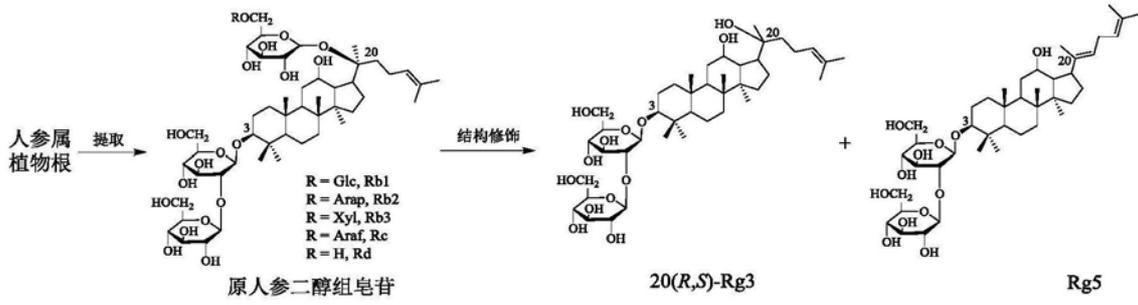


图3

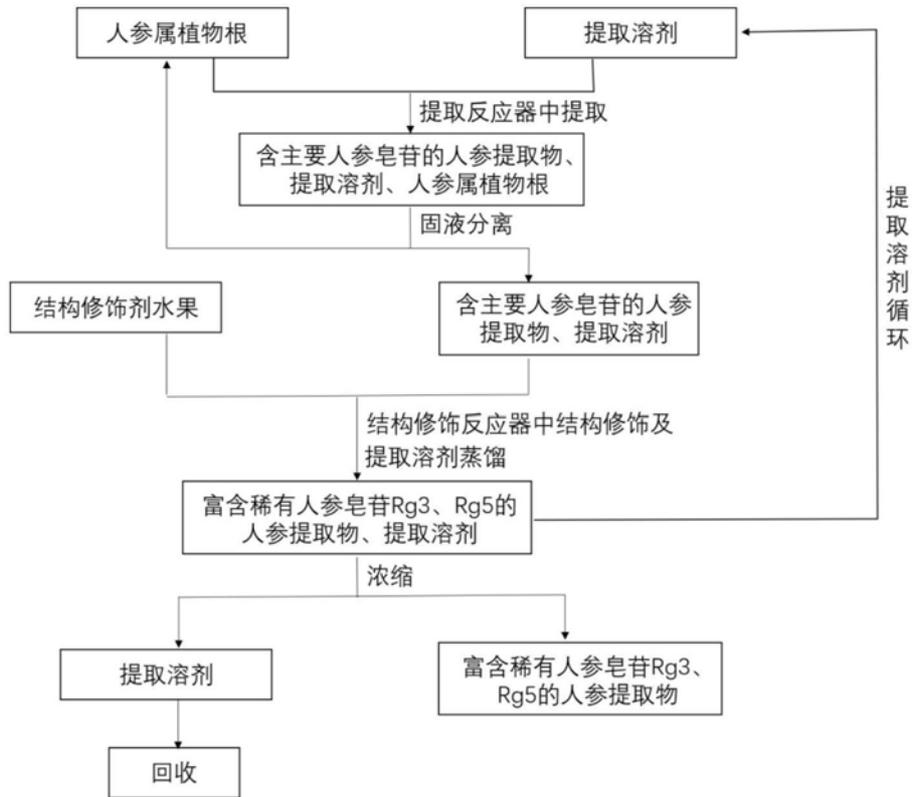


图4

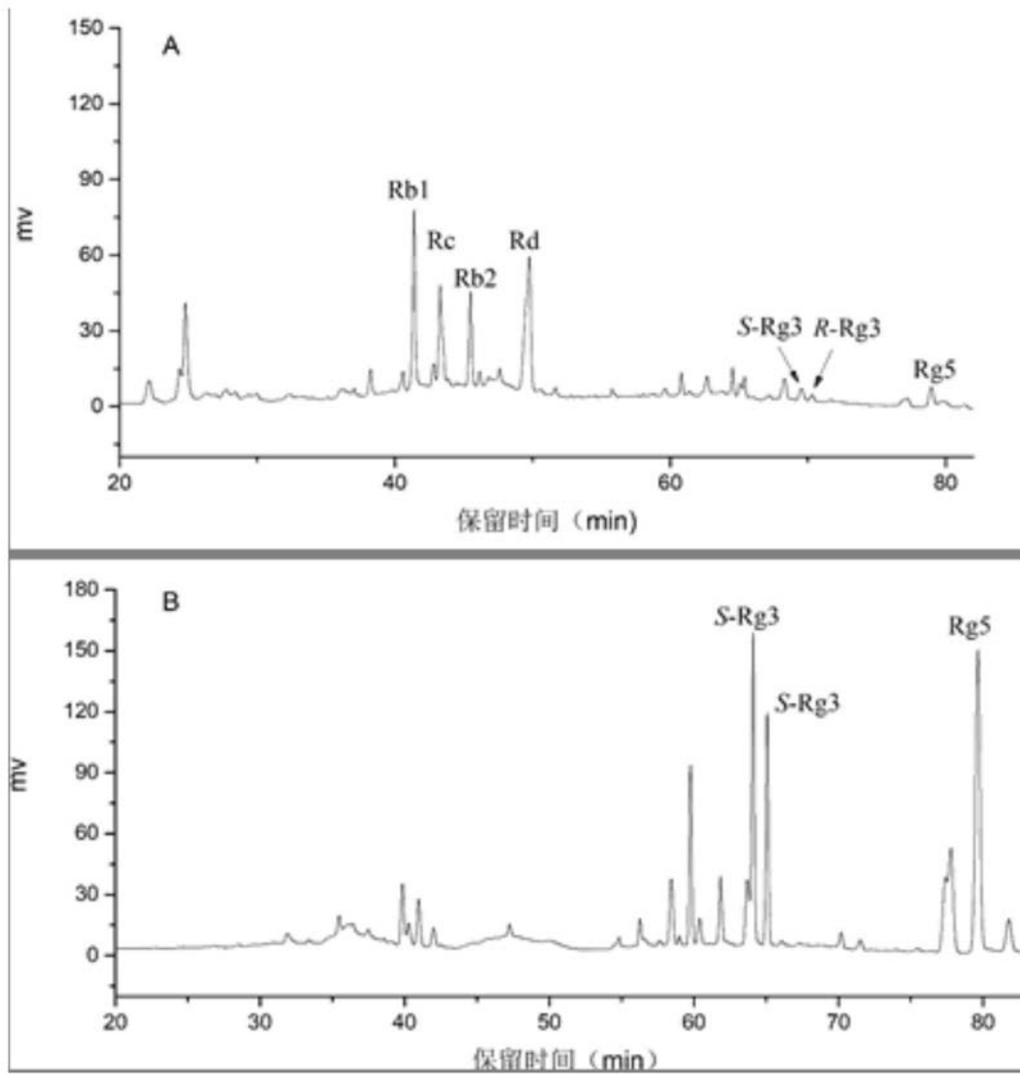


图5