



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102924544 B

(45) 授权公告日 2015.04.22

(21) 申请号 201210421968.2

(22) 申请日 2012.10.30

(73) 专利权人 晨光生物科技集团股份有限公司
地址 057250 河北省邯郸市曲周县晨光路1号

(72) 发明人 田洪 丁红梅 连运河 牛志平 崔柳

(74) 专利代理机构 石家庄冀科专利商标事务所有限公司 13108

代理人 曹淑敏

(56) 对比文件

CN 102127129 A, 2011.07.20,
CN 102617667 A, 2012.08.01,
CN 1425643 A, 2003.06.25,
US 20060134292 A1, 2006.06.22,
冯文字等. 绿原酸提取纯化工艺对比实验研究.《泸州医学院学报》.1999,第22卷(第6期),

审查员 耿元硕

(51) Int. Cl.

C07H 15/256(2006.01)

C07H 1/08(2006.01)

C07C 69/732(2006.01)

C07C 67/48(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

从甜菊叶中分步制备甜菊糖和绿原酸的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种从甜菊叶中分步制备甜菊糖和绿原酸的方法,其采用下述工艺步骤:(1)甜菊叶用冷水浸泡提取,得到提取液;(2)所述的提取液加二价铁盐后调pH值进行絮凝,絮凝液过滤得滤液和滤饼;(3)所述的滤液用大孔吸附树脂进行吸附、解析、精制处理后得到甜菊糖;(4)所述的滤饼用水溶解后用酸调pH值至0.5~5.5,过滤得到绿原酸滤液;(5)绿原酸滤液用大孔吸附树脂吸附、解析、浓缩干燥、重结晶后得到绿原酸。本方法在提取甜菊糖的同时提取了绿原酸,既增加了一种产品,又降低了甜菊糖的提取成本;本方法操作简单,成本低,绿原酸得率高,节能环保,设备简单,原料和设备利用率高,适合工业化生产。

1. 一种从甜菊叶中分步制备甜菊糖和绿原酸的方法,其特征在于,其采用下述工艺步骤:(1)甜菊叶用冷水浸泡提取,得到提取液;

(2)所述的提取液加二价铁盐后调 pH 值进行絮凝,絮凝液过滤得滤液和滤饼;

(3)所述的滤液用大孔吸附树脂进行吸附、解析、精制处理后得到甜菊糖;

(4)所述的滤饼用水溶解后用酸调 pH 值至 0.5 ~ 5.5,过滤得到绿原酸滤液;

(5)绿原酸滤液用大孔吸附树脂吸附、解析、浓缩干燥、重结晶后得到绿原酸;

所述步骤(2)中,用碱调 pH 值为 8.1 ~ 9.9 ;所述的碱为氢氧化钾、氢氧化钠和氨水中的一种或几种;

所述的二价铁盐为氯化亚铁、硫酸亚铁铵中的一种或几种,添加量为 3g/L-7g/L;

所述步骤(3)中的大孔吸附树脂为 DM30 大孔吸附树脂;

所述步骤(3)中采用质量浓度为 76% ~ 81% 甲醇或乙醇解析吸附后的树脂;解析液经脱盐脱色、浓缩干燥得到甜菊糖;

所述步骤(5)中的大孔吸附树脂为 NKA-9 大孔吸附树脂;

所述步骤(5)中采用质量浓度 82% ~ 86% 的甲醇或乙醇解析吸附后的树脂。

2. 根据权利要求 1 所述的从甜菊叶中分步制备甜菊糖和绿原酸的方法,其特征在于:所述步骤(1)中用 2℃ ~ 9℃ 冷水浸泡提取。

3. 根据权利要求 1 所述的从甜菊叶中分步制备甜菊糖和绿原酸的方法,其特征在于:所述步骤(4)中的酸是硫酸、盐酸、醋酸和磷酸中的一种或几种。

4. 根据权利要求 1 - 3 任意一项所述的从甜菊叶中分步制备甜菊糖和绿原酸的方法,其特征在于:所述步骤(5)中用质量浓度 80% ~ 99% 的甲醇或乙醇进行重结晶。

从甜菊叶中分步制备甜菊糖和绿原酸的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种天然提取物的提取方法,尤其是一种从甜菊叶中分步制备甜菊糖和绿原酸的方法。

背景技术

[0002] 甜菊糖(苷)是从菊科草本植物甜菊叶中精提的新型天然甜味剂,具有甜味高、热量低的特点。

[0003] 绿原酸(1,3,4,5-四羟基环己烷羧酸-(3,4-二羟基肉桂酸酯),又名:氯原酸、咖啡鞣酸、3-咖啡酰奎酸)属于咖啡酰奎尼酸衍生物类,抗氧化能力强,还具有抗艾滋病毒、肿瘤细胞株毒活性、抗致畸形、抗过敏及调节细胞色素 P450 连接的酶的活性等功能,在众多抗感冒病毒药等药中绿原酸均会是一种重要成分,应用非常广泛。绿原酸被誉为“植物黄金”,是众多厂家追逐生产的对象。国内生产绿原酸主要以金银花、杜仲等为原料,国外主要以咖啡豆为原料,原材料难免受到限制,成本较高。

[0004] 甜叶菊,双子叶植物纲,菊科多年生草本植物;原产于南美洲巴拉圭与巴西交界处,八十年代初引进种植,是新型糖源植物。甜叶菊的叶含甜菊糖苷 6~12%,一直被用来提取甜菊糖苷。甜菊叶中还含有一种很有价值的成分绿原酸,这一点很少研究过,从未有人重视并应用与生产。甜菊糖和绿原酸都易溶于水,后者更易溶于酸性溶液;两者分子量相差很大,甜菊糖是由多种苷组成,分子量在 800 左右,绿原酸分子量在 354.31,可以根据分子量的不同选择不同的吸附树脂把两者分开。

[0005] 甜菊叶中提取甜菊糖苷的同时分离出绿原酸,不仅能够对甜菊叶中有效成分进行综合利用,还能够解决绿原酸原料紧缺的问题,又能降低甜菊糖和绿原酸的成本。CN 102617667 A 公开了一种以甜叶菊为原料同时制备总咖啡酰奎尼酸和甜菊糖的方法,其选用溶剂萃取法进行液液分离甜菊糖和总咖啡酰奎尼酸;这种方法应用多种溶剂,溶剂及溶剂的脱除成本高,产品中还有微量残留。

发明内容

[0006] 本发明要解决的技术问题是提供一种成本低、得率高的从甜菊叶中分步制备甜菊糖和绿原酸的方法。

[0007] 为解决上述技术问题,本发明采用下述工艺步骤:(1)甜菊叶用冷水浸泡提取,得到提取液;

[0008] (2)所述的提取液加二价铁盐后调 pH 值进行絮凝,絮凝液过滤得滤液和滤饼;

[0009] (3)所述的滤液用大孔吸附树脂进行吸附、解析、精制处理后得到甜菊糖;

[0010] (4)所述的滤饼用水溶解后用酸调 pH 值至 0.5~5.5,过滤得到绿原酸滤液;

[0011] (5)绿原酸滤液用大孔吸附树脂吸附、解析、浓缩干燥、重结晶后得到绿原酸。

[0012] 本发明所述步骤(1)中用 2℃~9℃冷水浸泡提取。

[0013] 本发明所述步骤(2)中,用碱调 pH 值为 8.1~9.9;所述的碱为氢氧化钾、氢氧化

钠、氧化钙和氨水中的一种或几种。所述步骤(2)中的二价铁盐为硫酸亚铁、氯化亚铁、硫酸亚铁铵中的一种或几种,添加量为 3g/L-7g/L。

[0014] 本发明所述步骤(3)中的大孔吸附树脂为 DM30 大孔吸附树脂。所述步骤(3)中采用质量浓度 76%~81% 甲醇或乙醇解析吸附后的树脂;解析液经脱盐脱色、浓缩干燥得到甜菊糖。

[0015] 本发明所述步骤(4)中的酸是硫酸、盐酸、醋酸和磷酸中的一种或几种。所述步骤(4)中的水包括河水、井水、纯净水、下柱水、树脂再生回收水。

[0016] 本发明所述步骤(5)中的大孔吸附树脂为 NKA-9 大孔吸附树脂。所述步骤(5)中采用质量浓度 82%-86% 的甲醇或乙醇解析吸附后的树脂。所述步骤(5)中用 80%~99% 的甲醇或乙醇进行重结晶。

[0017] 采用上述技术方案所产生的有益效果在于:本发明采用低温提取,避免绿原酸的损伤,后续从甜菊叶的提取液中通过两者之间的性质差异,采用絮凝沉淀法尽可能多的把绿原酸沉淀下来,上层清液通过树脂吸附分离出甜菊糖,通过改变溶液酸碱性用水溶解滤渣中的绿原酸。是一种操作简单、成本低、绿原酸得率高的工艺方法,同时对原料中各种成分进行综合提取利用的方法,具有很高的经济效益、社会效益和环境效益。

[0018] 本发明在提取甜菊糖的同时提取了绿原酸,根据两者之间的性质不同进行后续分离,得到甜菊糖和绿原酸两种产品,既增加了一种产品,又降低了甜菊糖的提取成本,提高了生产效益。本发明操作简单,成本低,绿原酸得率高,节水环保,设备简单,原料和设备利用率高,适合工业化生产。

具体实施方式

[0019] 下面结合具体实施例对本发明作进一步详细的说明。

[0020] 实施例 1:本从甜菊叶中分步制备甜菊糖和绿原酸的方法采用下述工艺步骤。

[0021] 甜菊叶 100kg 用 2℃ 水浸泡得到提取液 1510m³;向提取液中添加 3kg/m³ 硫酸亚铁再加氧化钙调溶液 pH = 8.1,搅拌均匀进行絮凝,絮凝液经过滤得滤液和滤饼。滤液用 DM30 大孔吸附树脂进行吸附;吸附后的树脂用质量浓度 81% 乙醇解析,得到甜菊糖解析液;解析液进行过脱盐脱色、浓缩干燥得到含量 92.5wt% 的甜菊糖产品 9.2kg。滤饼用河水溶解后用酸调 pH = 0.5,过滤得到绿原酸滤液;绿原酸滤液用大孔吸附树脂 NKA-9 进行吸附,再用质量浓度 82% 的乙醇进行解析,然后浓缩干燥得到绿原酸粗品 4.2kg,绿原酸得率 91.2%;对绿原酸粗品用 90% 的甲醇进行重结晶,得到含量 97.21wt% 的绿原酸 1.1kg。

[0022] 实施例 2:本从甜菊叶中分步制备甜菊糖和绿原酸的方法采用下述工艺步骤。

[0023] 甜菊叶 100kg 用 9℃ 水浸泡得到提取液 1460m³;向提取液中加 7kg/m³ 氯化亚铁,再加氧化钙调溶液 pH9.9 搅拌均匀进行絮凝,絮凝液过滤得滤液和滤饼。滤液用 DM30 大孔吸附树脂进行吸附;树脂用质量浓度 76% 乙醇解析,得到甜菊糖解析液,甜菊糖解析液经过精制处理得到含量 93.1wt% 的甜菊糖产品 8.9kg。滤饼用井水溶解后用酸调 pH 值 5.5,过滤得绿原酸滤液;滤液用大孔吸附树脂 NKA-9 进行吸附,质量浓度 86% 的乙醇进行解析后,浓缩干燥得到绿原酸粗品 4.5kg,绿原酸得率 89.7%;对绿原酸粗品进行重结晶精制得到含量 98.35wt% 的绿原酸 1.2kg。

[0024] 实施例 3:本从甜菊叶中分步制备甜菊糖和绿原酸的方法采用下述工艺步骤。

[0025] 甜菊叶 100kg 用 5℃ 水浸泡得到提取液 1480m³; 向提取液中加入 5kg/m³ 硫酸亚铁铵, 再加氧化钙调溶液 pH9.1 搅拌均匀进行絮凝; 絮凝液过滤得滤液和滤饼; 滤液上 DM30 大孔吸附树脂进行吸附, 收集下柱水。树脂用质量浓度 78% 甲醇解析下来得甜菊糖解析液, 解析液经过精制处理得到含量 92.3wt% 的甜菊糖产品 9.1kg; 滤饼用下柱水溶解后用酸调 pH 值 3.4, 过滤得绿原酸滤液; 滤液用大孔吸附树脂 NKA-9 进行吸附, 质量浓度 84% 的甲醇进行解析, 浓缩干燥得到绿原酸粗品 4.3kg, 绿原酸得率 89.2wt%; 对绿原酸粗品进行重结晶精制得到含量 96.15% 的绿原酸 1.3kg。