



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104262425 B

(45)授权公告日 2017.04.05

(21)申请号 201410402940.3

(22)申请日 2014.08.15

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 104262425 A

(43)申请公布日 2015.01.07

(73)专利权人 桂林莱茵生物科技股份有限公司
地址 541199 广西壮族自治区桂林市临桂
县西城南路秧塘工业园

(72)发明人 赵军 杨文国 李元元 罗勇为
黄华凤

(74)专利代理机构 北京轻创知识产权代理有限公司 11212
代理人 杨立

(51) Int. Cl.
C07H 15/256(2006.01)
C07H 1/08(2006.01)

(56)对比文件

- W0 2013133689 A1, 2013.09.12,
CN 102702284 A, 2012.10.03,
吕鑫华,等.制备色谱法在纯化甜茶苷工艺中的应用.《北京化工大学学报(自然科学版)》.2012,第39卷(第5期),第92-96页.
周如金,等.大孔吸附树脂提取甜茶苷的研究.《林产化学与工业》.2008,第28卷(第5期),第35-39页.
司徒,等.从甜茶叶中制备甜茶素的工艺研究.《食品科技》.2013,第38卷(第4期),第262-265页.
刘庚贵,等.利用“广西甜茶”生产 $\geq 98\%$ 甜茶苷的新工艺.《企业科技与发展》.2014,(第4期),第11-12页.

审查员 臧乐芸

权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

一种提取甜茶苷的方法

(57)摘要

本发明涉及一种提取甜茶苷的方法,包括:原料粉碎、溶剂提取、膜浓缩、离心、调pH值、大孔树脂纯化、碱酸处理、洗脱、浓缩、复合离子交换树脂层析、浓缩、结晶、干燥后得到成品,本方法能够得到纯度99%的甜茶苷产品,并且产品雪白,无苦味,溶剂残留少,无农药残留。同时本方法大大减少了生产工序,节约生产成本,工艺稳定性好。

1. 一种提取甜茶苷的方法,其特征在于,包括:

1) 取甜茶叶干燥品100KG,经HPLC检测甜茶苷的含量为5.5%,粉碎到10目,用纯水于95℃浸提2次,第一次加水量是1300L,提取2H后分离出滤液备用,滤渣加纯水继续浸提,第二次加水量是1100L,提取2H后分离出滤液,合并两次提取的滤液,得到总滤液;

2) 将总滤液过膜浓缩到500Kg,膜的参数为:进溶液压力0.9Mpa,出溶液压力0.45Mpa,倒出使浓缩液冷到25℃,用台式布袋离心进行高速和低速的组合离心,所述组合离心为先经950R/min高速离心1H后,再经450r/min低速离心20分钟,离心沉淀弃去,离心液用0.5% w/w的盐酸调pH=4.1,搅拌均匀,使pH值不变;

3) 将2) 调好pH值的溶液进300KG大孔树脂柱HP-20B,流出液用0.5% w/w的NaOH调pH=7,尝有甜味和检测甜茶苷含量>2%为进柱终点,进液完毕后,首先用纯水洗柱,洗至流出液无色,澄清,再用0.5w/w%氢氧化钠洗柱,用量为3倍树脂柱重量,第三用纯水洗柱,洗至流出液pH=7,第四用0.5w/w%的盐酸洗柱,用量为3倍树脂柱重量,最后用水洗柱,洗至流出液pH=7;

4) 用1200L 48%乙醇解吸,流出液从有甜味和检测甜茶苷>2%时开始收集,到无甜味和检测甜茶苷<2%时为止,流出液用减压浓缩回收乙醇,制成8波美度的浓缩液;

5) 取200KG 700B阴离子树脂和40KG 732阳离子树脂装柱,阳离子树脂在下面,得到复合离子交换树脂,将浓缩液通过复合离子交换树脂,进液完毕后用纯水洗脱复合离子交换树脂,从流出液有甜味且pH=6.2时开始收集,到无甜味和pH>7时为止,得900L洗脱液;

6) 将洗脱液减压浓缩回收乙醇,制成12波美度的稠膏,加入稠膏4倍量的分析纯乙醇,搅拌均匀,在4℃下结晶24H,得晶体;

7) 将晶体用80℃纯水溶解到固形物30%,100目过滤后,滤液喷雾干燥后得产品。

一种提取甜茶苷的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种提取甜茶苷的方法,属于化学领域。

背景技术

[0002] 甜茶为广西四大名品,在广东、湖南、江西等省也有种植,甜茶含有大量的生物类黄酮,具备普通绿茶的功效外,同时还具有防治心血管疾病、预防中风、防癌作用、预防牙齿疾病等药效,极高的药用价值。

[0003] 目前国内的大规模生产的甜茶的厂家很少,主要还是受工艺复杂和操作的困难,以及关键生产点不好控制影响。生产出来的产品都有苦味,颜色不够白等问题。质量未能达到高品质。

发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题是提供一种提取甜茶苷的方法,本方法能够得到纯度大于99%的甜茶苷产品,并且产品雪白,无苦味,溶剂残留少,无农药残留。同时本方法大大减少了生产工序,节约生产成本,工艺稳定性好。

[0005] 本发明解决上述技术问题的技术方案如下:一种提取甜茶苷的方法,包括:

[0006] 1) 取甜茶叶干燥品,粉碎到10目,用纯水于95℃浸提2次,第一次加水量是甜茶叶原料用量的13倍,提取2H后分离出滤液备用,滤渣加纯水继续浸提,第二次加水量是甜茶叶原料用量的11倍,提取2H后分离出滤液,合并两次提取的滤液,得到总滤液;

[0007] 2) 将总滤液过膜浓缩到甜茶叶原料用量的5倍量得浓缩液,膜的参数为:进溶液压力0.9Mpa,出溶液压力0.45Mpa,冷却浓缩液到25℃,用台式布袋离心进行高速和低速的组合离心,离心沉淀弃去,离心液用酸调pH=4-5,搅拌均匀,使pH值不变;

[0008] 3) 将2) 调好pH值的溶液进大孔树脂柱,流出液用0.5%~3%w/w的NaOH调pH=7,尝有甜味和检测甜茶苷含量>2%为进柱终点,进液完毕后,首先用纯水洗柱,洗至流出液无色,澄清,再用碱液洗柱,第三用纯水洗柱,洗至流出液pH=7,第四用酸液洗柱,最后用水洗柱,洗至流出液pH=7;

[0009] 4) 用4倍树脂柱体积的48%乙醇解吸,流出液从有甜味和检测甜茶苷>2%时开始收集,到无甜味和检测甜茶苷<2%时为止,流出液用减压浓缩回收乙醇,制成8波美度的浓缩液;

[0010] 5) 取阴离子树脂和阳离子树脂按质量比5:1装柱,阳离子树脂在下面,得到复合离子交换树脂,将浓缩液通过复合离子交换树脂,进液完毕后用纯水洗脱复合离子交换树脂,从流出液有甜味且pH=6-7时开始收集,到无甜味和pH>7时为止,得洗脱液;

[0011] 6) 将洗脱液减压浓缩回收乙醇,制成12波美度的稠膏,加入稠膏4倍量的溶剂,搅拌均匀,在4℃下结晶24H,得晶体;

[0012] 7) 将晶体用80℃纯水溶解到固形物30%(质量分数),100-200目过滤后,取滤液喷雾干燥,得到甜茶苷。

[0013] 在上述技术方案的基础上,本发明还可以做如下改进。

[0014] 进一步,在2)中,所述组合离心为先经950R/min高速离心1H后,再经450r/min低速离心20分钟。

[0015] 进一步,在2)中,所述酸为0.5%~3%w/w的盐酸水溶液或0.5%~3%w/w的硫酸水溶液。

[0016] 进一步,在3)中,所述大孔树脂种类是HP-20B、ADS-7或X-6树脂;

[0017] 进一步,在3)中,所述碱液为0.5%~3%w/w的氢氧化钠水溶液或0.5%~3%w/w的氢氧化钾水溶液,所述碱液的用量为3倍树脂柱重量。

[0018] 进一步,在3)中,所述酸液为0.5%~3%w/w的盐酸水溶液或0.5%~3%w/w的硫酸水溶液,所述酸液的用量为3倍树脂柱重量。

[0019] 进一步,在5)中,所述阴离子树脂种类是700B离子交换树脂或700A离子交换树脂,所述阳离子树脂种类是732离子交换树脂或D204离子交换树脂。

[0020] 进一步,在6)中,所述溶剂为甲醇、乙醇、丙酮、乙酸乙酯中的一种,上述溶剂均为分析纯。

[0021] 本发明的有益效果是:

[0022] 本发明提供一种提取甜茶苷的方法,本方法工艺简单,工序好控制,生产成本低,甜茶苷的回收率高,含量高,生产出来的甜茶苷产品雪白,无苦味,甜度高,解决了企业规模化大生产的技术难点,填补市场在99%甜茶苷高回收率这方面的空白。

附图说明

[0023] 图1为本发明实施例1制得产品的HPLC谱图;

[0024] 图2为本发明实施例2制得产品的HPLC谱图;

[0025] 图3为本发明实施例3制得产品的HPLC谱图;

具体实施方式

[0026] 以下对本发明的原理和特征进行描述,所举实例只用于解释本发明,并非用于限定本发明的范围。

[0027] 实施例1

[0028] 1) 取甜茶叶干燥品100KG(经HPLC检测甜茶苷的含量为5.5%),粉碎到10目,用纯水于95℃浸提2次,第一次加水量是甜茶叶原料用量的1300L,提取2H后分离出滤液备用,滤渣加纯水继续浸提,第二次加水量是甜茶叶原料用量的1100L,提取2H后分离出滤液,合并两次提取的滤液,得到总滤液;

[0029] 2) 将总滤液过膜浓缩到500Kg,膜的参数为:进溶液压力0.9Mpa,出溶液压力0.45Mpa,倒出使浓缩液冷到25℃,用台式布袋离心进行高速和低速的组合离心,所述组合离心为先经950R/min高速离心1H后,再经450r/min低速离心20分钟,离心沉淀弃去,离心液用0.5%w/w的盐酸调pH=4.1,搅拌均匀,使pH值不变;

[0030] 3) 将2) 调好pH值的溶液进300KG大孔树脂柱HP-20B,流出液用0.5%w/w的NaOH调pH=7,尝有甜味和检测甜茶苷含量>2%为进柱终点,进液完毕后,首先用纯水洗柱,洗至流出液无色,澄清,再用0.5w/w%氢氧化钠洗柱,用量为3倍树脂柱重量,第三用纯水洗柱,洗

至流出液pH=7,第四用0.5w/w%的盐酸洗柱,用量为3倍树脂柱重量,最后用水洗柱,洗至流出液pH=7;

[0031] 4) 用1200L 48%乙醇解吸,流出液从有甜味和检测甜茶苷>2%时开始收集,到无甜味和检测甜茶苷<2%时为止,流出液用减压浓缩回收乙醇,制成8波美度的浓缩液;

[0032] 5) 取200KG 700B阴离子树脂和40KG 732阳离子树脂装柱,阳离子树脂在下面,得到复合离子交换树脂,将浓缩液通过复合离子交换树脂,进液完毕后用纯水洗脱复合离子交换树脂,从流出液有甜味且pH=6.2时开始收集,到无甜味和pH>7时为止,得900L洗脱液;

[0033] 6) 将洗脱液减压浓缩回收乙醇,制成12波美度的稠膏,加入稠膏4倍量的乙醇(分析纯),搅拌均匀,在4℃下结晶24H,得晶体;

[0034] 7) 将晶体用80℃纯水溶解到固形物30%,100目过滤后,滤液喷雾干燥后得5.312KG产品,产品的HPLC谱图见图1,其中,甜茶苷的纯度为99.6%,原料中甜茶苷的回收率为96.2%。

[0035] 实施例2

[0036] 1) 取甜茶叶干燥品200KG(经HPLC检测甜茶苷的含量为5.8%),粉碎到10目,用纯水于95℃浸提2次,第一次加水量是甜茶叶原料用量的2600L,提取2H后分离出滤液备用,滤渣加纯水继续浸提,第二次加水量是甜茶叶原料用量的2200L,提取2H后分离出滤液,合并两次提取的滤液,得到总滤液;

[0037] 2) 将总滤液过膜浓缩到1000L,膜的参数为:进溶液压力0.9Mpa,出溶液压力0.45Mpa,倒出使浓缩液冷到25℃,用台式布袋离心进行高速和低速的组合离心,所述组合离心为先经950R/min高速离心1H后,再经450r/min低速离心20分钟,离心沉淀弃去,离心液用1.5%w/w的盐酸调pH=4.3,搅拌均匀,使pH值不变;

[0038] 3) 将2) 调好pH值的溶液进600KG大孔树脂柱ADS-7,流出液用1.5%w/w的NaOH调pH=7,尝有甜味和检测甜茶苷含量>2%为进柱终点,进液完毕后,首先用纯水洗柱,洗至流出液无色,澄清,再用2.5w/w%氢氧化钠洗柱,用量为3倍树脂柱重量,第三用纯水洗柱,洗至流出液pH=7,第四用1.5w/w%的盐酸洗柱,用量为3倍树脂柱重量,最后用水洗柱,洗至流出液pH=7;

[0039] 4) 用2400L 48%乙醇解吸,流出液从有甜味和检测甜茶苷>2%时开始收集,到无甜味和检测甜茶苷<2%时为止,流出液用减压浓缩回收乙醇,制成8波美度的浓缩液;

[0040] 5) 取300KG 700B阴离子树脂和60KG D204阳离子树脂装柱,阳离子树脂在下面,得到复合离子交换树脂,将浓缩液通过复合离子交换树脂,进液完毕后用纯水洗脱复合离子交换树脂,从流出液有甜味且pH=6.2时开始收集,到无甜味和pH>7时为止,得1500L洗脱液;

[0041] 6) 将洗脱液减压浓缩回收乙醇,制成12波美度的稠膏,加入稠膏4倍量的丙酮(分析纯),搅拌均匀,在4℃下结晶24H,得晶体;

[0042] 7) 将晶体用80℃纯水溶解到固形物30%,200目过滤后,取滤液喷雾干燥后得11.4KG产品,产品的HPLC谱图见图2,其中,甜茶苷的纯度为99.5%,原料中甜茶苷的回收率为97.8%。

[0043] 实施例3

[0044] 1) 取甜茶叶干燥品200KG(经HPLC检测甜茶苷的含量为5.7%),粉碎到10目,用纯

水于95℃浸提2次,第一次加水量是甜茶叶原料用量的2600L,提取2H后分离出滤液备用,滤渣加纯水继续浸提,第二次加水量是甜茶叶原料用量的2200L,提取2H后分离出滤液,合并两次提取的滤液,得到总滤液;

[0045] 2) 将总滤液过膜浓缩到1000L,膜的参数为:进溶液压力0.9Mpa,出溶液压力0.45Mpa,倒出使浓缩液冷到25℃,用台式布袋离心进行高速和低速的组合离心,所述组合离心为先经950R/min高速离心1H后,再经450r/min低速离心20分钟,离心沉淀弃去,离心液用2.5%w/w的盐酸调pH=4,搅拌均匀,使pH值不变;

[0046] 3) 将2) 调好pH值的溶液进600KG大孔树脂柱X-6,流出液用2.5%w/w的NaOH调pH=7,尝有甜味和检测甜茶苷含量>2%为进柱终点,进液完毕后,首先用纯水洗柱,洗至流出液无色,澄清,再用3w/w%氢氧化钠洗柱,用量为3倍树脂柱重量,第三用纯水洗柱,洗至流出液pH=7,第四用3w/w%的盐酸洗柱,用量为3倍树脂柱重量,最后用水洗柱,洗至流出液pH=7;

[0047] 4) 用2400L 48%乙醇解吸,流出液从有甜味和检测甜茶苷>2%时开始收集,到无甜味和检测甜茶苷<2%时为止,流出液用减压浓缩回收乙醇,制成8波美度的浓缩液;

[0048] 5) 取300KG 700A阴离子树脂和60KG D204阳离子树脂装柱,阳离子树脂在下面,得到复合离子交换树脂,将浓缩液通过复合离子交换树脂,进液完毕后用纯水洗脱复合离子交换树脂,从流出液有甜味且pH=6.3时开始收集,到无甜味和pH>7时为止,得1550L洗脱液;

[0049] 6) 将洗脱液减压浓缩回收乙醇,制成12波美度的稠膏,加入稠膏4倍量的乙酸乙酯(分析纯),搅拌均匀,在4℃下结晶24H,得晶体;

[0050] 7) 将晶体用80℃纯水溶解到固形物30%,100目过滤后,滤液喷雾干燥后得11.1KG产品,产品的HPLC谱图见图3,其中,甜茶苷的纯度为99.8%,原料中甜茶苷的回收率为97.2%。

[0051] 以上所述仅为本发明的较佳实施例,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

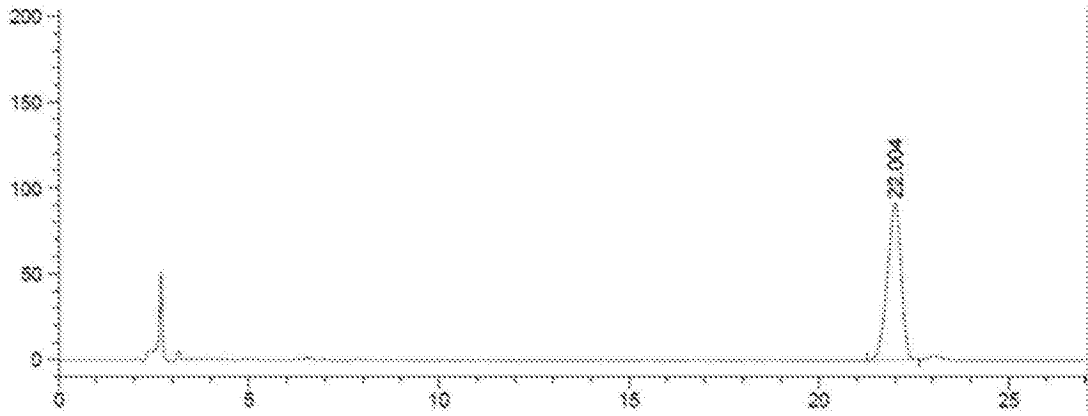


图1

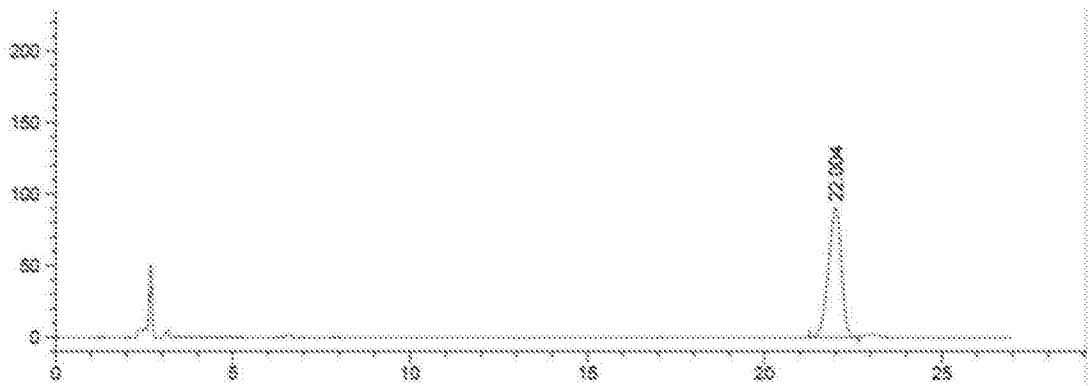


图2

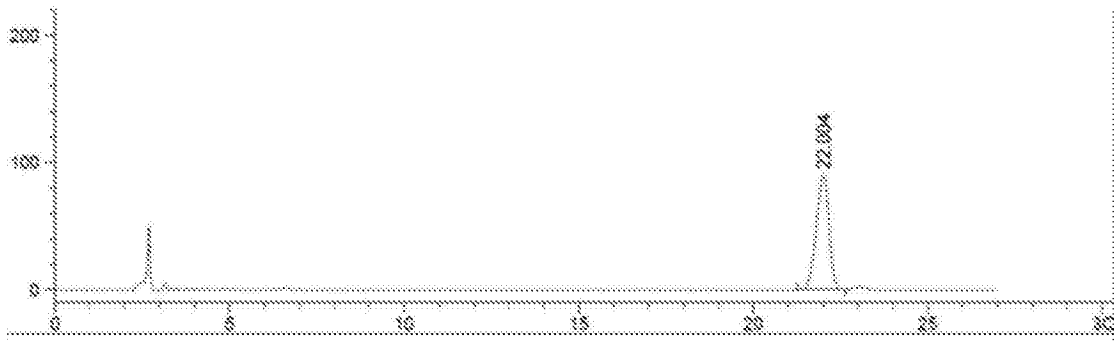


图3