



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111057166 B

(45) 授权公告日 2021.10.08

(21) 申请号 201911235035.2

(22) 申请日 2019.12.05

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 111057166 A

(43) 申请公布日 2020.04.24

(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 卢庆国 连运河 安晓东 梁星的高伟

(74) 专利代理机构 石家庄众志华清知识产权事务所(特殊普通合伙) 13123  
代理人 张锦红

(51) Int. Cl.  
C08B 37/18 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 104817652 A, 2015.08.05

CN 104844733 A, 2015.08.19

CN 105622683 A, 2016.06.01

CN 106674383 A, 2017.05.17

CN 107245116 A, 2017.10.13

CN 103642876 A, 2014.03.19

CN 106674383 A, 2017.05.17

JP 2013215138 A, 2013.10.24

WO 2019090181 A1, 2019.05.09

吴洪特等. 菊糖的提取、澄清与精制. 《湖北农业科学》. 2007, 第46卷(第1期), 全文.

审查员 冯春辉

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

一种制备菊粉的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种制备菊粉的方法,属于天然提取物提取精制技术领域,其制备方法包括预处理、提取、絮凝、过滤、浓缩、分离六个步骤,本发明提高了设备利用率,粗提液在絮凝过程中加入活性炭,同时实现提取液的除杂、脱色、脱苦工艺,简化生产步骤,减少能耗,并且在色谱分离前省去使用离子交换树脂进行脱盐的步骤,有效解决了树脂再生污水的处理。

1. 一种制备菊粉的方法,其特征在于:包括以下步骤:

步骤1、预处理:新鲜菊苣、菊芋原料清洗去除表皮泥沙等杂质,切丝后分别得到菊苣丝、菊芋丝;

步骤2、提取:将菊苣丝或菊芋丝中的一种进行水提取得到粗提液;

步骤3、絮凝:粗提液在搅拌状态下,添加固体 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 絮凝剂进行絮凝,料液的PH调节至9-12时,停止添加絮凝剂,絮凝的过程中添加活性炭进行除杂、脱色、脱苦得到絮凝液,活性炭添加量为絮凝料液重量的3%-8%;

步骤4、过滤:使用陶瓷膜将絮凝液中的絮凝渣、活性炭与料液分离,得到陶瓷膜透过液和渣子,使用水清洗渣子,清洗过程使用陶瓷膜过滤得到洗渣液,陶瓷膜透过液和洗渣液均进入下一工序;

步骤5、浓缩:陶瓷膜透过液和洗渣液经纳滤膜浓缩至料液固形物含量至15%-30%得到浓缩液;

步骤6、分离:浓缩液在温度为 $30^\circ\text{C}$ - $60^\circ\text{C}$ 、流速为 $0.5\text{m}^3/\text{h}$ - $2\text{m}^3/\text{h}$ 的条件下,进入模拟移动床色谱分离设备进行分离,模拟移动床色谱分离设备除去浓缩液中的灰分以及还原糖,浓缩喷雾干燥后得到菊粉;步骤6中模拟移动床色谱分离设备所用的色谱分离填料为分子凝胶树脂或离子交换树脂,分子凝胶树脂是以葡聚糖为主要介质,环氧氯丙烷为交联剂形成的多孔结构,其表面进行氟化改性后粒径分布在 $50\mu\text{m}$ - $100\mu\text{m}$ 的高分子材料,模拟移动床色谱分离设备包括9根色谱柱,每相邻三根为一组,第1组树脂柱的出口为纯化后的菊粉产品,该出口的电导率值 $<200\mu\text{s}/\text{cm}$ ,菊粉纯度 $>90\%$ ;第2组树脂柱的出口为果糖、葡萄糖以及蔗糖;第3组树脂柱出口为除去的灰分。

2. 根据权利要求1所述的一种制备菊粉的方法,其特征在于:步骤1中的菊苣丝或菊芋丝的直径为 $1\text{mm}$ - $2\text{mm}$ 。

3. 根据权利要求1所述的一种制备菊粉的方法,其特征在于:步骤2中的水为去离子水,去离子水的添加量为原料总质量的0.5倍-5倍。

4. 根据权利要求1所述的一种制备菊粉的方法,其特征在于:步骤2中的提取时间为 $30\text{min}$ - $60\text{min}$ ,提取次数为3次-5次,提取温度为 $50^\circ\text{C}$ - $80^\circ\text{C}$ 。

5. 根据权利要求1所述的一种制备菊粉的方法,其特征在于:步骤3中絮凝温度为 $50^\circ\text{C}$ - $80^\circ\text{C}$ ,絮凝时间为 $30\text{min}$ - $60\text{min}$ 。

6. 根据权利要求1所述的一种制备菊粉的方法,其特征在于:步骤3中活性炭含水量为35%-45%,活性炭颗粒大小为 $0.4\text{mm}$ - $0.5\text{mm}$ 。

7. 根据权利要求1所述的一种制备菊粉的方法,其特征在于:步骤4中的水为去离子水,用量为渣子质量的0.5倍-3倍。

8. 根据权利要求1所述的一种制备菊粉的方法,其特征在于:步骤5中纳滤膜分子截留量小于等于300道尔顿。

9. 根据权利要求1所述的一种制备菊粉的方法,其特征在于:步骤6中使用的色谱分离填料同时具备增加金属离子、单糖、蔗糖和多糖分离的极性差和分子筛的作用。

## 一种制备菊粉的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种制备菊粉的方法,属于天然提取物提取精制技术领域。

### 背景技术

[0002] 菊粉是一种功能性果聚糖,是植物中储备性多糖,作为一种纯天然的功能性配料,广泛运用于乳制品、饮料、低脂低热量食品、烘培食品、保健食品中,具有降血脂、改善肠道环境、促进益生菌增殖、防治便秘、预防结肠癌、促进矿物质吸收、预防肥胖症等作用。

[0003] 菊粉一般从菊苣或菊芋中提取,由于在深加工方面,国内起步较晚,国内主要使用纳滤膜分离技术生产菊粉,但纯度大都在80%以下,菊粉的回收率也很低,目前国内也有使用先进的色谱分离技术生产高纯度菊粉的方法,其主要是通过将原料清洗浸提后清净、脱色、脱盐、然后使用色谱分离后经浓缩干燥得到成品菊粉,但这种工艺方法步骤繁琐复杂,耗时时间长,并且在生产过程中每增加一道工序就会增加有效物质含量损失,过多的工艺步骤会降低菊粉的回收率;并且该方法在色谱分离过程前需要先进行脱盐,使用离子交换树脂进行脱盐,不仅耗时较长,而且离子交换树脂再生用水量较大,后期污水处理量较大。

### 发明内容

[0004] 本发明需要解决的技术问题是提供了一种制备菊粉的方法,提高了设备利用率、粗提液在絮凝过程中加入活性炭,同时实现提取液的除杂、脱色、脱苦工艺,简化生产步骤,减少能耗,并且在色谱分离前省去使用离子交换树脂进行脱盐的步骤,有效解决了树脂再生污水的处理。

[0005] 为解决上述技术问题,本发明所采用的技术方案是:

[0006] 一种制备菊粉的方法,其特征在于:包括以下步骤:

[0007] 步骤1、预处理:新鲜菊苣、菊芋原料清洗去除表皮泥沙等杂质,切丝后分别得到菊苣丝、菊芋丝;

[0008] 步骤2、提取:将菊苣丝或菊芋丝中的一种进行水提取得到粗提液;

[0009] 步骤3、絮凝:粗提液在搅拌状态下,添加固体Ca(OH)<sub>2</sub>絮凝剂进行絮凝,料液的PH调节至9-12时,停止添加絮凝剂,絮凝的过程中添加活性炭进行除杂、脱色、脱苦得到絮凝液,活性炭添加量为絮凝料液重量的3%-8%;

[0010] 步骤4、过滤:使用陶瓷膜将絮凝液中的絮凝渣、活性炭与料液分离,得到陶瓷膜透过液和渣子,使用水清洗渣子,清洗过程使用陶瓷膜过滤得到洗渣液,陶瓷膜透过液和洗渣液均进入下一工序;

[0011] 步骤5、浓缩:陶瓷膜透过液和洗渣液经纳滤膜浓缩至料液固形物含量至15%-30%得到浓缩液;

[0012] 步骤6、分离:浓缩液在温度为30℃-60℃、流速为0.5m<sup>3</sup>/h-2m<sup>3</sup>/h的条件下,进入模拟移动床色谱分离设备进行分离,模拟移动床色谱分离设备除去浓缩液中的灰分以及还原糖,浓缩喷雾干燥后得到菊粉。

[0013] 本发明技术方案的进一步改进在于:步骤1中的菊苣丝或菊芋丝的直径为1mm-2mm。

[0014] 本发明技术方案的进一步改进在于:步骤2中的水为去离子水,去离子水的添加量为原料总质量的0.5倍-5倍。

[0015] 本发明技术方案的进一步改进在于:步骤2中的提取时间为30min-60min,提取次数为3次-5次,提取温度为50℃-80℃。

[0016] 本发明技术方案的进一步改进在于:步骤3中絮凝温度为50℃-80℃,絮凝时间为30min-60min。

[0017] 本发明技术方案的进一步改进在于:步骤3中活性炭含水量为35%-45%,活性炭颗粒大小为0.4mm-0.5mm。

[0018] 本发明技术方案的进一步改进在于:步骤4中的水为去离子水,用量为渣

[0019] 子质量的0.5倍-3倍。

[0020] 本发明技术方案的进一步改进在于:步骤5中纳滤膜分子截留量小于等于300道尔顿。

[0021] 本发明技术方案的进一步改进在于:步骤6中模拟移动床色谱分离设备所用的色谱分离填料为分子凝胶树脂或离子交换树脂,分子凝胶树脂是以葡聚糖为主要介质,环氧氯丙烷为交联剂形成的多孔结构,其表面进行氟化改性后粒径分布在50μm-100μm的高分子材料,使用的色谱分离填料同时具备增加金属离子、单糖、蔗糖和多糖分离的极性差和分子筛的作用。

[0022] 本发明技术方案的进一步改进在于:步骤6中模拟移动床色谱分离设备包括9根色谱柱,每相邻三根为一组,第1组树脂柱的出口为纯化后的菊粉产品,该出口的电导率值<200μs/cm,菊粉纯度>90%;第2组树脂柱的出口为果糖、葡萄糖以及蔗糖;第3组树脂柱出口为除去的灰分。

[0023] 由于采用了上述技术方案,本发明取得的技术进步是:

[0024] 本发明其制备方法包括预处理、提取、絮凝、过滤、浓缩、分离等六个步骤,过程简单易操作,能够降低生产成本,提高了设备利用率、粗提液在絮凝过程中加入活性炭,同时实现提取液的除杂、脱色、脱苦工艺,简化生产步骤,减少能耗,并且在色谱分离前省去使用离子交换树脂进行脱盐的步骤,有效解决了树脂再生污水的处理。

[0025] 本发明在絮凝过程中直接添加活性炭,相对于传统的菊粉制备方法,首先将提取液放置储液罐中絮凝去除杂质,而后将滤液加入活性炭脱色,在生产过程中每增加一道工序就会增加含量损失,经过试验该工艺,料液经过絮凝和脱色后菊粉损失了15%左右,而絮凝过程中直接添加活性炭,同时实现提取液的除杂、脱色、脱苦工艺,简化了生产工序,减少了菊粉含量损失。

[0026] 目前使用色谱分离前都会先会进行脱盐工序,主要是使用离子交换树脂进行脱盐,不仅耗时较长,而且离子交换树脂再生用水量较大,后期污水处理量较大,而本专利省去脱盐步骤,过滤后直接使用模拟移动床色谱分离设备进行分离,该色谱可快速、高效的实现灰分去除率95%及以上、果糖、葡萄糖和蔗糖去除率95%及以上,菊粉收率在95%以上,一步到位制得高纯度的菊粉,有效解决了树脂再生污水处理问题。

[0027] 本发明模拟移动床色谱分离技术为三组分分离,第1组树脂柱的出口为纯化后的

菊粉产品,第2组树脂柱的出口为还原糖,如果糖、葡萄糖以及蔗糖,第3组树脂柱出口为除去的灰分,其不仅能将菊粉有效的分离,同时能去除菊粉中的灰分,提高菊粉的纯度,同时第1组树脂柱的出口电导率值 $<200\mu\text{s}/\text{cm}$ ,由于菊粉产品灰分与电导值有很大的关系,通过控制菊粉中的电导率控制菊粉中的灰分,提高菊粉的纯度。

### 具体实施方式

[0028] 下面结合实施例对本发明做进一步详细说明:

[0029] 实施例1

[0030] 一种制备菊粉的方法,主要包括以下步骤:

[0031] 步骤1、预处理:将500kg新鲜菊芋原料清洗去除表面泥沙等杂质,洗净的菊芋经上料设备输送至切丝机,切丝后分别得到菊芋丝,菊芋丝的直径为2mm;

[0032] 步骤2、提取:将菊芋丝进行水提取得到粗提液,其中水为去离子水,去离子水的添加量为原料总质量的2倍,提取时间为30min,提取次数为5次,提取温度为75℃;

[0033] 步骤3、絮凝:将粗提液通过输送管道输送至絮凝罐中,粗提液在搅拌状态下,添加固体 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 絮凝剂进行絮凝,料液的PH调节至12时,停止添加絮凝剂,絮凝的过程中添加活性炭进行除杂、脱色、脱苦得到絮凝液,活性炭添加量为絮凝料液重量的4%,絮凝温度为75℃,絮凝时间为30min,其中添加的活性炭含水量为35%,活性炭颗粒大小为0.4mm;

[0034] 步骤4、过滤:使用陶瓷膜将絮凝液中的絮凝渣、活性炭与料液分离,得到陶瓷膜透过液和渣子,使用水清洗渣子,清洗过程使用陶瓷膜过滤得到洗渣液,陶瓷膜透过液和洗渣液均进入下一工序,其中水为去离子水,用量为渣子质量的1倍,该工序单步有效成份菊粉含量收率为97%;

[0035] 步骤5、浓缩:陶瓷膜透过液和洗渣液经纳滤膜浓缩至料液固形物含量至20%得到浓缩液,纳滤膜分子截留量为150道尔顿;

[0036] 步骤6、分离:浓缩液在温度为35℃、流速为 $0.5\text{m}^3/\text{h}$ 的条件下,进入模拟移动床色谱分离设备进行分离,模拟移动床色谱分离设备除去浓缩液中的灰分以及还原糖,浓缩喷雾干燥后得到菊粉,模拟移动床色谱分离设备所用的色谱分离填料为分子凝胶树脂,分子凝胶树脂是以葡聚糖为主要介质,环氧氯丙烷为交联剂形成的多孔结构,其表面进行氟化改性后粒径分布在 $50\mu\text{m}$ - $100\mu\text{m}$ 的高分子材料,使用的色谱分离填料同时具备增加金属离子、单糖、蔗糖和多糖分离的极性差和分子筛的作用,模拟移动床色谱分离设备包括9根色谱柱,每相邻三根为一组,第1组树脂柱的出口为纯化后的菊粉产品,该出口的电导率值 $180\mu\text{s}/\text{cm}$ ;第2组树脂柱的出口为果糖、葡萄糖以及蔗糖;第3组树脂柱出口为除去的灰分,其中果糖、葡萄糖以及蔗糖统称为还原糖,本实施例最终制备产物,菊粉含量为95.32%,还原糖含量为1.05%,灰分为0.05%,其它为水分。

[0037] 实施例2

[0038] 步骤1、预处理:将500kg新鲜菊芋原料清洗去除表面泥沙等杂质,洗净的菊芋经上料设备输送至切丝机,切丝后分别得到菊芋丝,菊芋丝的直径为1.5mm;

[0039] 步骤2、提取:将菊芋丝进行水提取得到粗提液,其中水为去离子水,去离子水的添加量为原料总质量的4倍,提取时间为40min,提取次数为4次,提取温度为60℃;

[0040] 步骤3、絮凝:将粗提液通过输送管道输送至絮凝罐中,粗提液在搅拌状态下,添加

固体Ca(OH)<sub>2</sub>絮凝剂进行絮凝,料液的PH调节至10.2时,停止添加絮凝剂,絮凝的过程中添加活性炭进行除杂、脱色、脱苦得到絮凝液,活性炭添加量为絮凝料液重量的6%,絮凝温度为60℃,絮凝时间为45min,其中添加的活性炭含水量为40%,活性炭颗粒大小为0.45mm;

[0041] 步骤4、过滤:使用陶瓷膜将絮凝液中的絮凝渣、活性炭与料液分离,得到陶瓷膜透过液和渣子,使用水清洗渣子,清洗过程使用陶瓷膜过滤得到洗渣液,陶瓷膜透过液和洗渣液均进入下一工序,其中水为去离子水,用量为渣子质量的1倍,该工序单步有效成份菊粉含量收率为96.3%;

[0042] 步骤5、浓缩:陶瓷膜透过液和洗渣液经纳滤膜浓缩至料液固形物含量至25%得到浓缩液,纳滤膜分子截留量为250道尔顿;

[0043] 步骤6、分离:浓缩液在温度为45、流速为1.5m<sup>3</sup>/h的条件下,进入模拟移动床色谱分离设备进行分离,模拟移动床色谱分离设备除去浓缩液中的灰分以及还原糖,浓缩喷雾干燥后得到菊粉,模拟移动床色谱分离设备所用的色谱分离填料为分子凝胶树脂,分子凝胶树脂是以葡聚糖为主要介质,环氧氯丙烷为交联剂形成的多孔结构,其表面进行氟化改性后粒径分布在50μm-100μm的高分子材料,使用的色谱分离填料同时具备增加金属离子、单糖、蔗糖和多糖分离的极性差和分子筛的作用,模拟移动床色谱分离设备包括9根色谱柱,每相邻三根为一组,第1组树脂柱的出口为纯化后的菊粉产品,该出口的电导率值150μs/cm;第2组树脂柱的出口为果糖、葡萄糖以及蔗糖;第3组树脂柱出口为除去的灰分,其中果糖、葡萄糖以及蔗糖统称为还原糖,本实施例最终制备产物,菊粉含量为92.76%,还原糖含量为4.05%,灰分为0.03%,其它为水分。

[0044] 实施例3

[0045] 步骤1、预处理:将300kg新鲜菊芋原料清洗去除表面泥沙等杂质,洗净的菊芋经上料设备输送至切丝机,切丝后分别得到菊芋丝,菊芋丝的直径为1.2mm;

[0046] 步骤2、提取:将菊芋丝进行水提取得到粗提液,其中水为去离子水,去离子水的添加量为原料总质量的5倍,提取时间为50min,提取次数为3次,提取温度为50℃;

[0047] 步骤3、絮凝:将粗提液通过输送管道输送至絮凝罐中,粗提液在搅拌状态下,添加固体Ca(OH)<sub>2</sub>絮凝剂进行絮凝,料液的PH调节至9.5时,停止添加絮凝剂,絮凝的过程中添加活性炭进行除杂、脱色、脱苦得到絮凝液,活性炭添加量为絮凝料液重量的8%,絮凝温度为50℃,絮凝时间为60min,其中添加的活性炭含水量为45%,活性炭颗粒大小为0.45mm;

[0048] 步骤4、过滤:使用陶瓷膜将絮凝液中的絮凝渣、活性炭与料液分离,得到陶瓷膜透过液和渣子,使用水清洗渣子,清洗过程使用陶瓷膜过滤得到洗渣液,陶瓷膜透过液和洗渣液均进入下一工序,其中水为去离子水,用量为渣子质量的3倍,该工序单步有效成份菊粉含量收率为95.38%;

[0049] 步骤5、浓缩:陶瓷膜透过液和洗渣液经纳滤膜浓缩至料液固形物含量至20%得到浓缩液,纳滤膜分子截留量为300道尔顿;

[0050] 步骤6、分离:浓缩液在温度为55、流速为2m<sup>3</sup>/h的条件下,进入模拟移动床色谱分离设备进行分离,模拟移动床色谱分离设备除去浓缩液中的灰分以及还原糖,浓缩喷雾干燥后得到菊粉,模拟移动床色谱分离设备所用的色谱分离填料为离子交换树脂,模拟移动床色谱分离设备包括9根色谱柱,每相邻三根为一组,第1组树脂柱的出口为纯化后的菊粉产品,该出口的电导率值120μs/cm;第2组树脂柱的出口为果糖、葡萄糖以及蔗糖;第3组树

脂柱出口为除去的水分,其中果糖、葡萄糖以及蔗糖统称为还原糖,本实施例最终制备产物,菊粉含量为93.02%,还原糖含量为4.45%,灰分为0.02%,其它为水分。