



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103342691 B

(45) 授权公告日 2015.03.11

(21) 申请号 201310286440.3

(22) 申请日 2013.07.09

(73) 专利权人 内蒙古科然生物高新技术有限责  
任公司

地址 025450 内蒙古自治区赤峰市巴林左旗  
上京集中工业园区

(72) 发明人 何平 李继富

(74) 专利代理机构 北京博华智恒知识产权代理  
事务所(普通合伙) 11431

代理人 李秋香

(56) 对比文件

CN 1327983 A, 2001.12.26, 权利要求 1、6.

CN 1377590 A, 2002.11.06, 权利要求 1、4、  
6.

CN 1327983 A, 2001.12.26, 权利要求 1、6.

CN 1174839 A, 1998.03.04, 权利要求 1、2.

US 6320028 B1, 2001.11.20, 摘要.

贺凌云等. 大豆糖蜜综合应用. 《粮油科  
技》. 2010, (第1期), 第52-53页.

审查员 李磊

(51) Int. Cl.

C07D 311/36(2006.01)

C07D 311/40(2006.01)

C07J 63/00(2006.01)

C07H 15/256(2006.01)

C07H 3/06(2006.01)

C07H 1/08(2006.01)

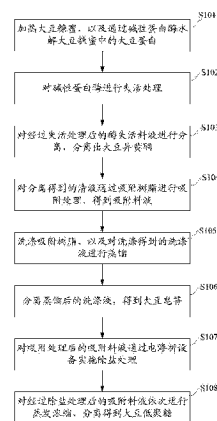
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54) 发明名称

大豆糖蜜中提取异黄酮、皂苷和低聚糖的方  
法及设备

(57) 摘要

本发明提供的大豆糖蜜中提取异黄酮、皂苷  
和低聚糖的方法及设备,方法包括:a. 加热大豆  
糖蜜,以及通过碱性蛋白酶水解所述大豆糖蜜  
中的大豆蛋白;b. 对碱性蛋白酶进行失活处理;  
c. 对经过失活处理后的酶失活料液进行分离,分  
离出大豆异黄酮;d. 对分离得到的清液通过吸附  
树脂进行吸附处理,得到吸附料液;e. 洗涤吸附  
树脂,以及对洗涤得到的洗涤液进行蒸馏;f. 分  
离蒸馏后的洗涤液,得到大豆皂苷;g. 对吸附处  
理后的吸附料液通过电渗析设备实施除盐处理;  
h. 对经过除盐处理后的吸附料液依次进行蒸发  
浓缩、分离得到大豆低聚糖。本发明提供的方法  
实现了大豆异黄酮、皂苷和低聚糖的提取,实现  
对大豆糖蜜的深度开发利用,减少资源的浪费。



1. 大豆糖蜜中提取异黄酮、皂苷和低聚糖的方法,其特征在于,包括以下步骤:
  - a、加热大豆糖蜜,以及通过碱性蛋白酶水解所述大豆糖蜜中的大豆蛋白,包括:
    - a<sub>1</sub>、调整大豆糖蜜中固形物重量百分比 10-50%,温度控制在 40 ~ 70℃,调整 pH 值为 6 ~ 10;
    - a<sub>2</sub>、加入重量百分比为 0.2-2%的碱性蛋白酶水解大豆糖蜜中的大豆蛋白,水解时间保持 2 ~ 8 小时;
  - b、通过加热的方式对所述碱性蛋白酶进行失活处理,加热温度为 70℃ ~ 90℃,加热时间为 10 ~ 30 分钟;
  - c、冷却失活后的酶失活料液至温度 5℃ ~ 25℃,调节固形物的质量百分比为 1.5 ~ 9%,调整 pH 值为 2 ~ 6 后进行初级分离;初级分离后所得固体物料加入 5℃ ~ 25℃冷水,保持 1 ~ 5 小时后进行次级分离,分离出大豆异黄酮;
  - d、对分离得到的清液通过吸附树脂进行吸附处理,得到吸附料液;
  - e、洗涤所述吸附树脂,以及对洗涤得到的洗涤液进行蒸馏;
  - f、分离蒸馏后的洗涤液,得到大豆皂苷;
  - g、对吸附处理后的吸附料液通过电渗析设备实施除盐处理;
  - h、对经过除盐处理后的吸附料液依次进行蒸发浓缩、分离得到大豆低聚糖。
2. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,所述步骤 c 和步骤 d 之间还包括:  
调整所述清液中固形物质量百分比为 1% ~ 6%,调整 pH 值为 4 ~ 8。
3. 根据权利要求 2 所述的方法,其特征在于,洗涤所述吸附树脂具体为:采用体积浓度为 60 ~ 95%的乙醇溶液对所述吸附树脂进行洗涤,反复洗涤至树脂原色为止。
4. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,所述步骤 h 中:对经过除盐处理后的吸附料液进行蒸发浓缩、分离得到大豆低聚糖,包括:  
除盐后的料液电导率不得超过 100—1000us/cm<sup>2</sup>,对除盐后的料液分离、得到透明料液;  
对透明料液进行初步浓缩至固形物质量含量 8% -20%;  
对初步浓缩的料液采用活性炭进行脱色处理,加炭量占除盐后料液质量的 1 ~ 6%,脱色温度为 40 ~ 80℃,脱色时间为 0.5 ~ 3 小时;  
对脱色后的料液进行再次过滤,继续浓缩至固形物含量占料液中低聚糖质量的 70 ~ 80%。
5. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,分离出大豆异黄酮物料、大豆皂苷以及大豆低聚糖后,还包括:均可以对所述大豆异黄酮物料、大豆皂苷、大豆低聚糖进行灭菌,喷雾干燥处理。

## 大豆糖蜜中提取异黄酮、皂苷和低聚糖的方法及设备

### 技术领域

[0001] 本发明涉及大豆副产物加工技术领域,尤其涉及一种大豆糖蜜中提取异黄酮、皂苷和低聚糖的方法及设备。

### 背景技术

[0002] 大豆糖蜜是醇法生产大豆浓缩蛋白的副产物。大豆糖蜜性状粘稠,色泽较深。脱水大豆糖蜜中一般含有6% -8%粗蛋白(脂蛋白、糖蛋白、胰蛋白酶抑制剂)、5% -8%脂类物质(包括甘油酯、磷脂和植物甾醇)、7% -9%灰分、6% -15%大豆皂苷,1.5% ~ 2.5%大豆异黄酮、还具有低聚糖等成分,其中异黄酮、皂苷和低聚糖均为有益成分。

[0003] 具体的,大豆低聚糖是大豆中可溶性糖的总称,主要包括蔗糖、棉籽糖和水苏糖,其中棉籽糖和水苏糖为功能性低聚糖,具有增殖双歧杆菌的作用。大豆异黄酮是大豆生长中形成的一类次生代谢产物,是生物黄酮中的一种,也是一种植物雌激素。大豆异黄酮中的染料木苷(G)分子结构99%与女性体内雌激素相同,具有雌激素活性,可以代替部份人体自身的雌激素发挥作用。大豆皂苷的生物学、生理学和药学的活性试验都证明,大豆皂苷对人体无毒害作用,而且还有许多有益的生理功能。它是阻止慢性病发生的天然抑制剂,如抑制血小板凝聚、抑制肿瘤细胞的生长和防止动脉粥样硬化等。

[0004] 可见,大豆糖蜜中含有多种有益成分,如果将这些有益成分提取利用则将提高大豆糖蜜的利用效率。但是,据统计国内的大豆加工企业平均每生产4t(吨)醇法大豆浓缩蛋白就有1t大豆糖蜜生成,全国每年大约会产生3~5万t大豆糖蜜。大豆糖蜜大多作为废液排放或以低廉的价格(每吨约几百元)作为饲料或发酵工业的原料出售。若能将大豆糖蜜加以综合开发利用,对于降低企业生产成本,变废为宝,减少环境污染等都具有重要意义。然而目前多内企业并没有对大豆糖蜜进行深度开发利用,导致资源的大量浪费。

### 发明内容

[0005] 有鉴于此,本发明的目的在于提供一种大豆糖蜜中提取异黄酮、皂苷和低聚糖的方法及设备,以实现大豆糖蜜中的异黄酮、皂苷和低聚糖的提取,进而实现大豆糖蜜的深度开发,提高资源的利用效率。

[0006] 大豆糖蜜中提取异黄酮、皂苷和低聚糖的方法,包括以下步骤:

[0007] a、加热大豆糖蜜,以及通过碱性蛋白酶水解所述大豆糖蜜中的大豆蛋白,包括:

[0008] a1、调整大豆糖蜜中固形物重量百分比10-50%,温度控制在40~70℃,调整pH值为6~10;

[0009] a2、加入重量百分比为0.2-2%的碱性蛋白酶水解大豆糖蜜中的大豆蛋白,水解时间保持2~8小时;

[0010] b、通过加热的方式对所述碱性蛋白酶进行失活处理,加热温度为70℃~90℃,加热时间为10~30分钟;

[0011] c、冷却失活后的酶失活料液至温度5℃~25℃,调节固形物的质量百分比为

1.5 ~ 9%，调整 pH 值为 2 ~ 6 后进行初级分离；初级分离后所得固体物料加入 5℃ ~ 25℃ 冷水，保持 1 ~ 5 小时后进行次级分离，分离出大豆异黄酮；

[0012] d、对分离得到的清液通过吸附树脂进行吸附处理，得到吸附料液；

[0013] e、洗涤所述吸附树脂，以及对洗涤得到的洗涤液进行蒸馏；

[0014] f、分离蒸馏后的洗涤液，得到大豆皂苷；

[0015] g、对吸附处理后的吸附料液通过电渗析设备实施除盐处理；

[0016] h、对经过除盐处理后的吸附料液依次进行蒸发浓缩、分离得到大豆低聚糖。

[0017] 优选的，上述方法中，所述步骤 c 和步骤 d 之间还包括：

[0018] 调整所述清液中固形物的质量百分比为 1% ~ 6%，调整 pH 值为 4 ~ 8。

[0019] 优选的，上述方法中，洗涤所述吸附树脂具体为：采用体积浓度为 60 ~ 95% 的乙醇溶液对所述吸附树脂进行洗涤，反复洗涤至树脂原色为止。

[0020] 优选的，上述方法中，所述步骤 h 中：对经过除盐处理后的吸附料液进行蒸发浓缩、分离得到大豆低聚糖，包括：

[0021] 除盐后的料液电导率不得超过 100—1000us/cm<sup>2</sup>，对除盐后的料液分离、得到透明料液；

[0022] 对透明料液进行初步浓缩至固形物质量含量 8% -20%；

[0023] 对初步浓缩的料液采用活性炭进行脱色处理，加炭量占除盐后料液质量的 1 ~ 6%，脱色温度为 40 ~ 80℃，脱色时间为 0.5 ~ 3 小时；

[0024] 对脱色后的料液进行再次过滤，继续浓缩至固形物含量占料液中低聚糖质量的 70 ~ 80%。

[0025] 优选的，上述方法中，分离出大豆异黄酮物料、大豆皂苷以及大豆低聚糖后，还包括：均可以对所述大豆异黄酮物料、大豆皂苷、大豆低聚糖进行灭菌，喷雾干燥处理。

[0026] 本发明提供的大豆糖蜜中提取异黄酮、皂苷和低聚糖的设备，包括：

[0027] 酶解罐，用于提供容纳大豆糖蜜及通过碱性蛋白酶水解所述大豆糖蜜中的大豆蛋白，以及进行酶失活反应的空间；

[0028] 第一分离装置，与所述酶解罐相连，用于对经过失活处理后的酶失活料液进行分离，分离出大豆异黄酮；

[0029] 树脂柱，其进口与所述第一分离装置的用于排出分离的清液的出口相连通，用于对所述第一分离装置分离得到的清液通过吸附树脂进行吸附处理，所述树脂柱具有两个出口，分别是用于导出吸附树脂的第一口和用于导出吸附料液的第二口；

[0030] 第一暂存罐，与所述树脂柱的第一口相连，用于对吸附树脂进行洗涤，得到洗涤液；

[0031] 蒸馏塔，与所述第一暂存罐相连，用于蒸馏洗涤液，得到大豆皂苷；

[0032] 电渗析设备，与所述第二口相连通，用于对吸附料液实施除盐处理；

[0033] 三效蒸发器，与所述电渗析设备相连，用于对除盐处理后的吸附料液进行蒸发浓缩；

[0034] 第二分离装置，与所述三效蒸发器相连，用于分离蒸发浓缩后的吸附料液，得到大豆低聚糖。

[0035] 优选的，上述设备中，还包括与第一分离装置分离出大豆异黄酮的出口依次相连

的第三分离装置、第四分离装置和大豆异黄酮喷雾干燥塔,且三者中,相邻的两者之间均设置有第一搅拌罐。

[0036] 本发明提供的大豆糖蜜中提取异黄酮、皂苷和低聚糖的方法实现了对大豆糖蜜中大豆异黄酮、大豆皂苷和大豆低聚糖的提取,并得到上述相应的产品,而且各个参数的配设使得所提取后,产品纯度高、收率高、生产成本低,实现对大豆糖蜜的深度开发利用,减少资源的浪费。

#### 附图说明

[0037] 为了更清楚地说明本发明实施例,下面对实施例或现有技术描述中使用的附图作简单地介绍,显而易见地,下面描述中的附图是本发明的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其它的实施例图示。

[0038] 图 1 是本发明实施例提供的大豆糖蜜中提取异黄酮、皂苷和低聚糖的方法流程图;

[0039] 图 2 是本发明实施例提供的大豆糖蜜中提取异黄酮、皂苷和低聚糖的设备结构图。

#### 具体实施方式

[0040] 为使本发明实施例的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将结合本发明实施例中的附图,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例是本发明的一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0041] 请参考附图 1,本发明实施例提供的大豆糖蜜中提取异黄酮、皂苷和低聚糖的方法,包括以下步骤:

[0042] S101、加热大豆糖蜜,以及通过碱性蛋白酶水解大豆糖蜜中的大豆蛋白。

[0043] 步骤 S101 中通常发生的场所为酶解罐中,酶解罐可以采用带有加热功能和搅拌功能的搅拌罐。该步骤中对大豆糖蜜进行加热以保证酶解反应所需的温度,大豆糖蜜的温度一般可以控制在 40~70℃。具体的,可以将大豆糖蜜中的固形物质量百分比调整至 10~50%,PH 值调节为 6~10,可以加入质量百分比为 0.2~2%的碱性蛋白酶进行水解反应,水解时间可以保持 2~8 小时,以保证完全分解。

[0044] S102、对碱性蛋白酶进行失活处理。

[0045] 步骤 S101 中进行酶解反应后,需要对碱性蛋白酶进行失活处理,通常的作法可以通过再次加热的方式将酶破坏掉,当然,再次加热的温度应该高于步骤 S101 中加热温度,例如可以选择再次加热的温度为 70℃~90℃,为了保证酶失活充分,上述再次加热时间可以保持 10~30 分钟,当然,具体的加热时间,需要考虑再次加热的温度,在一定的范围内,温度越高对酶的失活作用越强,加热的时间就可以相应地缩短,当然本领域技术人员应当理解,并不是温度越高越好。

[0046] S103、对经过失活处理后的酶失活料液进行分离,分离出大豆异黄酮。

[0047] 该步骤对经过失活处理后的酶失活料液进行分离,能够分离出大豆异黄酮,同时也得到清液。具体的,该步骤中可以采用离心分离,通常通过离心装置实现对大豆异黄酮

和清液的分离,也可以采用过滤分离,通常通过过滤装置实现大豆异黄酮和清液的分离。

[0048] 在实际的分离过程中,如果步骤 S102 中通过加热方式对酶进行失活处理,在过滤的过程中需要对酶失活料液进行冷却处理,具体的,可以将酶失活料液的温度冷却到 5 ~ 25℃,方便一些成分的结晶进而提高分离效率。

[0049] 具体的,通过冷却方式冷却时,对经过失活处理后的酶失活料液进行分离,可以通过两步实现:

[0050] 冷却失活后的酶失活料液至温度 5℃ ~ 25℃,调节固形物的质量百分比为 1.5 ~ 9%,调整 PH 值为 2 ~ 6 后进行初级分离;

[0051] 初级分离后所得固体物料加入 5 ~ 25℃冷水,保持 1 ~ 5 小时后进行次级分离。

[0052] 上述通过两次分离,能够提高分离效果。当然上述冷却温度 5 ~ 25℃,调节固形物的质量百分比为 1.5 ~ 9%,PH 值为 2 ~ 6,只是一种具体操作的实施例,在此温度和 PH 值、固形物质量百分比为 1.5 ~ 9%的状态下,分离更加充分。当然经过初级分离后得到的固体物料再加入 5 ~ 25℃的冷水,可以与固体物料的温度相适配,保持 1 ~ 5 小时实现对固体物料中的物质的溶解和充分洗涤,然后再进行次级分离。

[0053] 当然,本发明实施例中的分离方式都可以通过离心分离或者过滤分离实现。该步骤中得到大豆异黄酮后,还可以依次对其进行灭菌、喷雾干燥等操作,使得该步骤中的大豆异黄酮成为成品异黄酮。

[0054] S104、对分离得到的清液通过吸附树脂进行吸附处理,得到吸附料液。

[0055] 该步骤一般在搅拌罐中进行,经过步骤 S103 处理后分离得到的清液通过吸附树脂进行吸附处理,该进行吸附处理之前还可以对步骤 S103 中得到的料液进行调整,调整固形物含量为 1 ~ 6%,PH 值 4 ~ 8。经过吸附后被吸附树脂吸附的物质中含有大豆皂苷,流出的吸附料液中含有大豆低聚糖。

[0056] S105、洗涤吸附树脂,以及对洗涤得到的洗涤液进行蒸馏。

[0057] 具体的,可以采用体积浓度为 60 ~ 95%乙醇溶液进行洗涤,可以多次洗涤直至吸附树脂显示树脂原色为止。当然还可以采用其他的溶液替代乙醇溶液进行洗涤。上述通过蒸馏的方式对洗涤液进行蒸馏回收乙醇。

[0058] S106、分离蒸馏后的洗涤液,得到大豆皂苷。

[0059] 对蒸馏后的洗涤液进行离心分离或过量分离。当然在分离之前可以将蒸馏后的浓缩液用纯水调整固形物的质量含量为 8% ~ 16%。

[0060] 步骤 S106 中得道大豆皂苷后,可以经过灭菌、喷雾干燥得到大豆皂苷产品。

[0061] S107、对吸附处理后的吸附料液通过电渗析设备实施除盐处理。

[0062] 该步骤中优选的方案中,除盐后的料液电导率不得超过 100 ~ 1000us/cm<sup>2</sup>。

[0063] S108、对经过除盐处理后的吸附料液依次进行蒸发浓缩、分离得到大豆低聚糖。

[0064] 具体的,该步骤可以实施为:

[0065] 对除盐后的料液分离、得到透明料液;

[0066] 对透明料液进行初步浓缩至固形物质量含量 8% -20%;

[0067] 对初步浓缩的料液采用活性炭进行脱色处理,加炭量占除盐后料液质量的 1 ~ 6%,脱色温度为 40 ~ 80℃,脱色时间为 0.5 ~ 3 小时;

[0068] 对脱色后的料液进行再次过滤,继续浓缩至固形物含量占料液中低聚糖质量的

70 ~ 80%，最终成为液态大豆低聚糖产品。

[0069] 当然，上述进行脱色的过程中，脱色的料液加入 10 ~ 15% 麦芽糊精，调整固形物质量含量为 8% ~ 20%。经过灭菌、喷雾干燥可以制作含量为 20% ~ 40% 的大豆低聚糖产品。

[0070] 本发明实施例提供的大豆糖蜜中提取异黄酮、皂苷和低聚糖的方法实现了对大豆糖蜜中大豆异黄酮、大豆皂苷和大豆低聚糖的提取，并得到上述的相应的产品，而且各个参数的配设使得所提取的产品的纯度高、收率高、生产成本低，实现对大豆糖蜜的深度开发利用，减小资源的大量浪费。

[0071] 基于上述公开的大豆糖蜜中提取异黄酮、皂苷和低聚糖的方法，本发明实施例还提供了一种大豆糖蜜中提取异黄酮、皂苷和低聚糖的设备，请参考附图 2，所述设备包括：酶解罐 1、第一分离装置 2、树脂柱 4、第一暂存罐 22、蒸馏塔 23、电渗析设备 6、三效蒸发器 8 和第二分离装置 10，其中：

[0072] 酶解罐 1 用于提供容纳大豆糖蜜及通过碱性蛋白酶水解大豆糖蜜中的大豆蛋白，以及进行酶失活反应的空间。通常情况下，酶解罐 1 可以采用带有加热功能和搅拌功能的搅拌罐。

[0073] 第一分离装置 2 与酶解罐 1 相连，用于对经过失活处理后的酶失活料液进行分离，分离出大豆异黄酮。

[0074] 树脂柱 4 的进口与第一分离装置 2 用于排放分离的清液的出口相连通，用于对第一分离装置 2 分离得到的清液通过吸附树脂进行吸附处理，树脂柱 4 具有两个出口，分别用于导出吸附树脂的第一口和用于导出吸附料液的第二口。

[0075] 第一暂存罐 22 与树脂柱 4 的第一口相连通，用于对吸附树脂进行洗涤，得到洗涤液。

[0076] 蒸馏塔 23 与第一暂存罐 22 相连，用于蒸馏洗涤液，得到大豆皂苷。电渗析设备 6 与第二口相连通，用于对吸附料液实施除盐处理，通常除盐后的吸附料液的电导率不得超过  $100 \sim 1000 \mu\text{s}/\text{cm}^2$ 。

[0077] 三效蒸发器 8 与电渗析设备 6 相连，用于对除盐处理后的吸附料液进行蒸发浓缩，当然对除盐处理后的吸附料液进行蒸发浓缩还可以采用其他种类的蒸发器，不仅仅限于三效蒸发器 8。

[0078] 第二分离装置 10 与三效蒸发器 8 相连，用于分离蒸发浓缩后的吸附料液，得到大豆低聚糖。

[0079] 通过上述提供的大豆糖蜜中提取异黄酮、皂苷和低聚糖的设备能够提取出大豆异黄酮、皂苷和低聚糖，当然在提取的过程中，还可以在第二分离装置 2 分离出大豆异黄酮的出口依次相连的第三分离装置 17、第四分离装置 19 和大豆异黄酮喷雾干燥塔 21，且三者中，相邻的两者之间均设置有第一搅拌罐（分别为第一搅拌罐 16、第一搅拌罐 18、第一搅拌罐 20）。

[0080] 同样道理，上述设备还包括与蒸馏塔 23 相连的大豆皂苷喷雾干燥塔 25，大豆皂苷喷雾干燥塔 25 和蒸馏塔 23 之间设置的第二搅拌罐 24；以及与第二分离装置 10 依次相连的灭菌器 13 和大豆低聚糖喷雾干燥器 15。

[0081] 当然上述相邻的设备之间需要液体输送时，通常在相邻的设备之间设置输送泵，

可以为高压泵等,例如高压泵 14。

[0082] 上述设备在提取的过程中,在第一分离装置 2 和树脂柱 4 之间设置有暂存罐 3,在树脂柱 4 和电渗析设备 6 之间设置有暂存罐 5,在电渗析设备 6 和三效蒸发器 8 之间设置有暂存罐 7,在三效蒸发器 8 和第二分离装置 10 之间设置有搅拌罐 9,实现整理浓缩后的搅拌以为分离作准备。第二分离装置 10 和灭菌器 13 之间设置搅拌罐 11 和暂存罐 12。在树脂柱 4 和蒸馏塔 23 之间设置有第一暂存罐 22。

[0083] 需要说明的是,本说明书中各个实施例采用递进的方式描述,每个实施例重点说明的都是与其他实施例的不同之处,各个实施例之间相同相似部分互相参见即可。

[0084] 对所公开的实施例的上述说明,使本领域专业技术人员能够实现或使用本发明。对这些实施例的多种修改对本领域的专业技术人员来说将是显而易见的,本文中所定义的一般原理可以在不脱离本发明的精神或范围的情况下,在其它实施例中实现。因此,本发明将不会被限制于本文所示的这些实施例,而是要符合与本文所公开的原理和新颖特点相一致的最宽的范围。



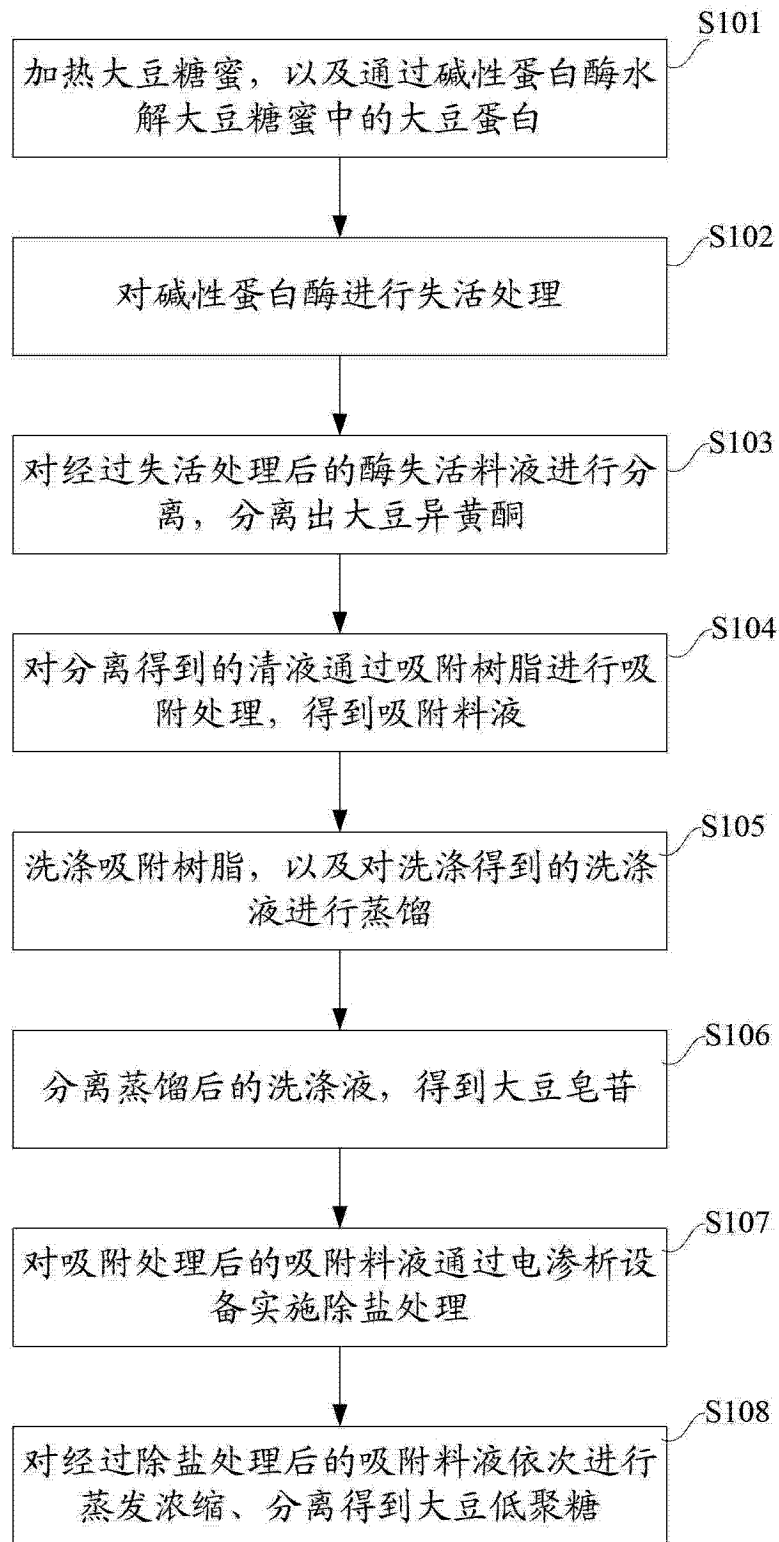


图 1

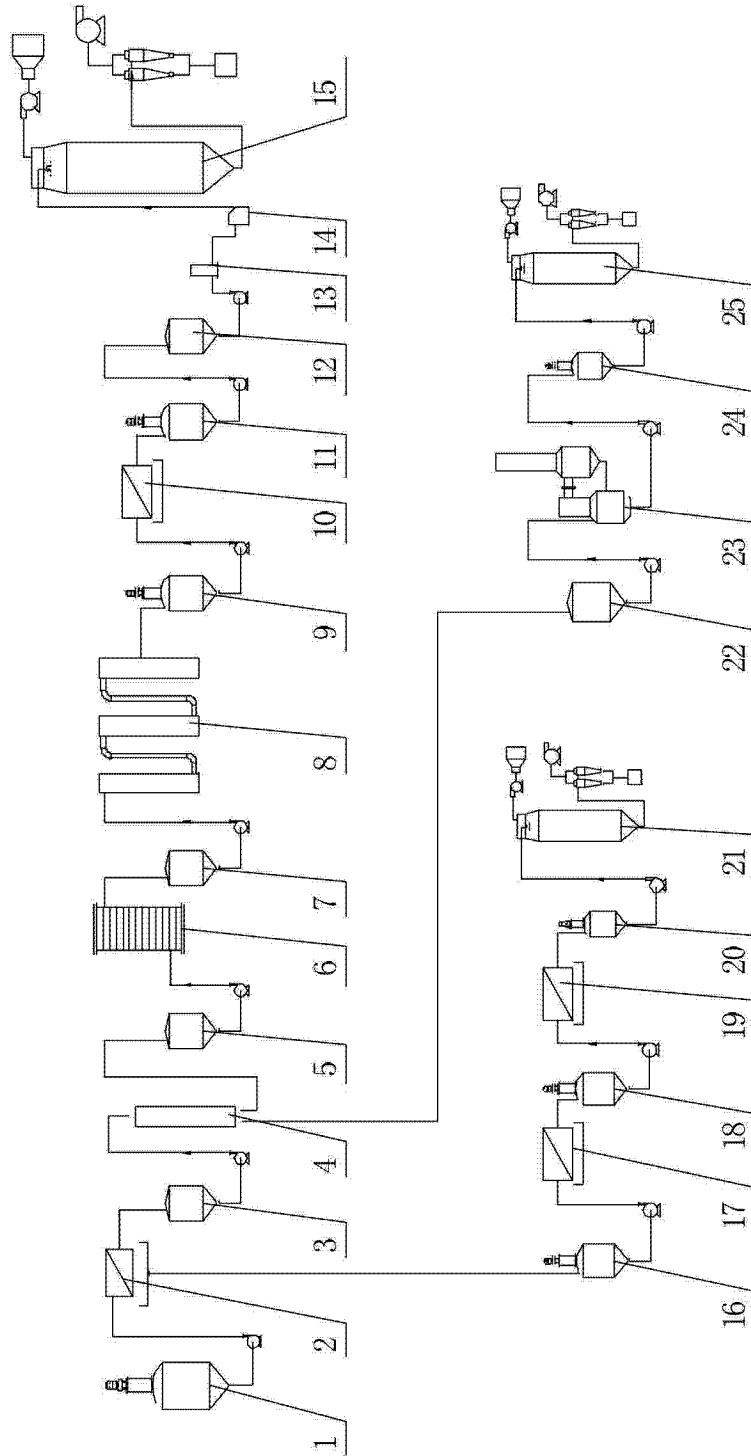


图 2