



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107897427 A
(43)申请公布日 2018.04.13

(21)申请号 201711046881.0

(22)申请日 2017.10.31

(71)申请人 中华全国供销合作总社杭州茶叶研究所

地址 310016 浙江省杭州市江干区采荷路41号

(72)发明人 张士康 朱跃进 吕杨俊 张海华 潘俊娴 蒋玉兰 刘均

(74)专利代理机构 南京经纬专利商标代理有限公司 32200

代理人 楼高潮

(51)Int. Cl.

A23F 3/18(2006.01)

C07D 311/62(2006.01)

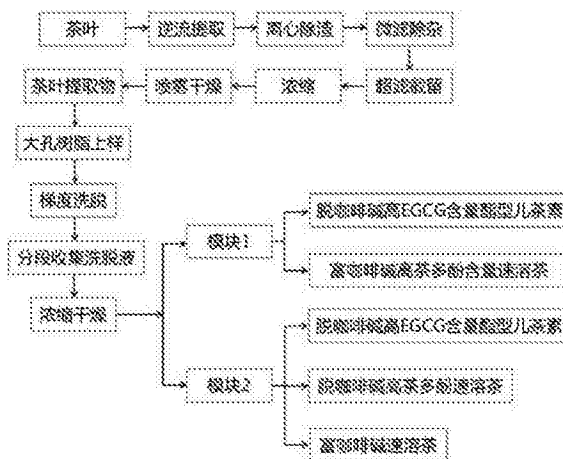
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

一种茶叶多产物同步模块化分离的方法

(57)摘要

本发明公开了一种茶叶多产物同步分离的方法,包括如下步骤:茶叶经逆流提取、离心除渣、微滤除杂、超滤截留、浓缩、喷雾干燥等步骤制得水溶性茶叶提取物,并通过大孔树脂实现茶叶多产物同步分离制备,即将茶叶提取物中茶多酚、咖啡碱等物质选择性吸附于大孔树脂上,并用适当的溶剂进行洗脱,分段收集洗脱液,选择性地收集目标产物,可实现脱咖啡碱高EGCG含量酯型儿茶素(咖啡碱<1%,EGCG>55%,酯型儿茶素占总儿茶素>90%,茶多酚含量>90%)的制备,同时制得富咖啡碱速溶茶、脱咖啡碱高茶多酚含量速溶茶等不同类型茶制品,实现茶叶多产物同步分离制备。



1. 一种茶叶多产物同步模块化分离的方法,其特征在于,包括如下步骤:

(1) 水溶性茶叶提取物制备:按茶叶质量与浸提用水的体积比1:15的比例浸提茶叶,提取温度90℃,逆流提取装置转轴转速为28-30Hz,提取时间45min;浸提完成后依次进行离心除渣、微滤除杂、超滤截留、浓缩、喷雾干燥步骤制得水溶性茶叶提取物;

(2) 上样:将步骤(1)所得水溶性茶叶提取物配制成固形物含量3%-15%的茶叶提取物溶液,并以1-3个柱床体积/小时的上样流速通过装有大孔树脂的层析柱;

(3) 梯度洗脱:依次采用不同体积浓度的乙醇-水溶液,梯度洗脱步骤(3)中上样的大孔树脂,洗脱体积为1-5个柱床体积,流速为1-3个柱床体积/小时,分段收集洗脱组分,经分别浓缩与干燥,分离获得富咖啡碱高茶多酚速溶茶、脱咖啡碱高EGCG含量酯型儿茶素、富咖啡碱速溶茶或脱咖啡碱高茶多酚速溶茶。

2. 如权利要求1所述的一种茶叶多产物同步模块化分离的方法,其特征在于,所述步骤(2)中,上样液中固形物含量为9%-15%,上样流速为1.5个柱床体积/小时。

3. 如权利要求1所述的一种茶叶多产物同步模块化分离的方法,其特征在于,所述步骤(3)中,依次使用0、20%、40%、60%、80%共5个体积浓度梯度的乙醇-水溶液进行洗脱,洗脱体积为2个柱床体积,流速为1.5个柱床体积/小时,分段收集洗脱液,经分别浓缩与干燥,得到目标产物。

4. 如权利要求3所述的一种茶叶多产物同步模块化分离的方法,其特征在于,从水洗脱至60%体积浓度的乙醇洗脱0.5个柱床体积为止收集的洗脱液,浓缩干燥得到富咖啡碱高茶多酚速溶茶,从60%体积浓度的乙醇洗脱的0.5个柱床体积后开始收集的洗脱液,浓缩干燥得到脱咖啡碱高EGCG含量酯型儿茶素。

5. 如权利要求3所述的一种茶叶多产物同步模块化分离的方法,其特征在于,从水洗脱至40%体积浓度乙醇洗脱1个柱床体积为止收集的洗脱液,浓缩干燥得到富咖啡碱速溶茶,从40%体积浓度的乙醇洗脱1个柱床体积开始至60%体积浓度的乙醇洗脱0.5个柱床体积为止收集的洗脱液,浓缩干燥得到脱咖啡碱高茶多酚速溶茶,从60%体积浓度的乙醇洗脱0.5个柱床体积后开始收集的洗脱液,浓缩干燥得到脱咖啡碱高EGCG含量酯型儿茶素。

6. 如权利要求1所述的一种茶叶多产物同步模块化分离的方法,其特征在于,所述步骤(2)中大孔树脂为LP-8。

一种茶叶多产物同步模块化分离的方法

技术领域

[0001] 本发明属于茶叶深加工技术领域,具体涉及一种茶叶多产物同步模块化分离的方法。

背景技术

[0002] 茶叶中的功能成分主要包括茶多酚、茶多糖、茶氨酸和咖啡碱,提取和利用这些功能成分,并将其应用于医药、食品、日化用品等领域,是茶叶深加工的重要内容。茶多酚的主要成分儿茶素从作为食品工业的抗氧化剂以来,已经逐步拓展到应用于医药保健品、日化化妆品和精细化工品等领域,其中表没食子儿茶素没食子酸酯(EGCG)、表儿茶素没食子酸酯(ECG)等酯型儿茶素因具有比其他儿茶素组分更强的活性,成为人们关注的焦点。而具有“正负两面”功效的咖啡碱,对于大多数人群,具有强心、利尿、醒酒等功效,但对少数咖啡碱敏感人群,会刺激中枢神经、增加血压、提高类风湿关节炎的患病率以及引起婴儿早产等问题。有关儿茶素和咖啡碱分离方法的报道很多,但二氯甲烷和三氯甲烷等有毒溶剂萃取法和金属离子沉淀法依然是分离咖啡碱和儿茶素的主要途径,此两种方法对安全操作和环境都会造成较大影响。

[0003] 此外,国内企业在提取茶叶功能成分时,多采用单一成分提取方法,这类方法可使目标成分得率及其纯度最大化,但同时也会造成原料中其它活性成分利用率不充分和资源浪费等问题。因此,在分离单一成分的工艺基础上,通过优化组合,开展茶叶主要功能成分的综合制备对于充分利用茶叶资源具有重要意义。

[0004] 中国专利文献CN 104292200B、CN 102875691B、CN 1202058C和CN 1271064C分别公开了“一种低咖啡碱、高儿茶素的茶多酚提取工艺”、“一种从茶渣中同步制备多种活性物质的方法”、“一种制备高儿茶素、低咖啡因含量茶多酚的新方法”和“高含量EGCG儿茶素的提取方法”,但均使用有机溶剂,存在溶剂残留隐患。

[0005] 因此,开发一种安全性好、低成本、高效率、环境友好的茶叶功能成分综合制备方法,根据消费者对产品品质化、差异化的需求,同步分离制备各项优质产品,实现茶叶功能成分全回收,具有十分重要的意义。

发明内容

[0006] 针对现有技术的不足,本发明的目的是提供一种茶叶多产物同步模块化分离的方法,能够保证提取的产品纯度高、成本低、效率高、环境友好,易于实现工业化生产。

[0007] 本发明解决其技术问题采用的技术方案是:

[0008] 一种茶叶多产物同步模块化分离的方法,包括如下步骤:

[0009] (1) 水溶性茶叶提取物制备:茶叶按茶水比1:15(w:v)的比例浸提,提取温度90℃,逆流提取装置转轴转速为28-30Hz,提取时间45min;浸提完成后依次进行离心除渣、微滤除杂、超滤截留、浓缩、喷雾干燥步骤制得水溶性茶叶提取物;

[0010] (2) 上样:将步骤(1)所得水溶性茶叶提取物配制成固形物含量3%-15%的茶叶提

取物溶液,并以1-3个柱床体积/小时的上样流速通过装有大孔树脂的层析柱;

[0011] (3) 梯度洗脱:依次采用不同体积浓度的乙醇-水溶液,梯度洗脱步骤(3)中上样的大孔树脂,洗脱体积为1-5个柱床体积,流速为1-3个柱床体积/小时,分段收集洗脱组分,经分别浓缩与干燥,得到目标产物。

[0012] 作为本申请的优选技术方案,所述步骤(2)中,上样液中固形物含量为9%-15%,上样流速为1.5个柱床体积/小时。

[0013] 作为本申请的优选技术方案,所述步骤(3)中,依次使用0、20%、40%、60%、80%共5个体积浓度梯度的乙醇-水溶液进行洗脱,洗脱体积为2个柱床体积,流速为1.5个柱床体积/小时,分段收集洗脱液,经分别浓缩与干燥,得到目标产物。

[0014] 作为本申请的优选技术方案,从水洗脱至60%体积浓度的乙醇洗脱0.5个柱床体积为止收集洗脱液,浓缩干燥得到富咖啡碱高茶多酚速溶茶,从60%体积浓度的乙醇洗脱0.5个柱床体积后开始收集的洗脱液,浓缩干燥得到脱咖啡碱高EGCG含量酯型儿茶素。

[0015] 作为本申请的优选技术方案,从水洗脱至40%体积浓度乙醇洗脱1个柱床体积为止收集的洗脱液,浓缩干燥得到富咖啡碱速溶茶;

[0016] 从40%体积浓度的乙醇洗脱1个柱床体积开始至60%体积浓度的乙醇洗脱0.5个柱床体积为止收集的洗脱液,浓缩干燥得到脱咖啡碱高茶多酚速溶茶;

[0017] 从60%体积浓度的乙醇洗脱0.5个柱床体积后开始收集的洗脱液,浓缩干燥得到脱咖啡碱高EGCG含量酯型儿茶素。

[0018] 上述技术方案得到的脱咖啡碱高EGCG含量酯型儿茶素,咖啡碱<1%,EGCG>55%,酯型儿茶素占总儿茶素>90%,茶多酚含量>90%。

[0019] 作为本申请的优选技术方案,所述步骤(2)中大孔树脂为LP-8。

[0020] 与现有技术相比,本发明提供的茶叶多产物同步模块化分离制备的方法,具有以下优点:

[0021] (1) 可根据产品需求,实现茶叶多产物同步模块化分离,充分利用茶资源;

[0022] (2) 制备得到的高品质脱咖啡碱高EGCG含量酯型儿茶素,咖啡碱<1%,EGCG>55%,酯型儿茶素占总儿茶素>90%,茶多酚含量>90%;

[0023] (3) 制备工艺简单,生产成本较低,具有较强的可操作性;

[0024] (4) 本制备方法所用原料为乙醇和水,产品安全性高。

附图说明

[0025] 图1为工艺流程图;

[0026] 图2为实施例1制备的脱咖啡碱高EGCG含量酯型儿茶素的HPLC图谱。

具体实施方式

[0027] 以下结合实施例对本发明做进一步详细说明。实施例中未注明具体技术或条件者,按照本领域内的文献所描述的技术或条件进行。所用原料或者仪器设备未注明生产厂商的,均视为可以通过市场购买的常规产品。

[0028] 实施例1

[0029] 一种茶叶多产物同步模块化分离制备的方法,包括如下步骤:

[0030] (1) 水溶性茶叶提取物制备:按茶水比为1:15(w:v)的比例浸提,以65kg/h的茶叶投料速度和1000L/h的纯净水进料速度进行逆流提取,提取温度为90℃,控制逆流提取装置转轴转速为28-30Hz,茶叶提取时间为45min;浸提完成后依次进行离心除渣、微滤除杂、超滤截留、浓缩、喷雾干燥步骤制得水溶性茶叶提取物;

[0031] (3) 上样:配制固形物含量9%的茶叶提取物供试样,选取对茶多酚的吸附量和解析率高的LP-8大孔树脂,上样流速为1.5个柱床体积/小时;

[0032] (4) 梯度洗脱:分别用0%、20%、40%、60%、80%共5个体积浓度的乙醇-水溶液进行梯度洗脱,各组的洗脱体积为2个柱床体积,洗脱流速1.5个柱床体积/小时,富咖啡碱高茶多酚含量速溶茶和脱咖啡碱高EGCG含量酯型儿茶素的同步分离:

[0033] 从水洗脱开始收集洗脱液,梯度洗脱至60%乙醇洗脱0.5个柱床体积为止,旨在收集富咖啡碱高茶多酚速溶茶产品,经抽真空旋转蒸发浓缩,回收酒精后,喷雾干燥得样品,其咖啡碱含量为8.7%,茶多酚含量为76.6%;

[0034] 从60%乙醇洗脱的0.5个柱床体积后开始收集洗脱液,至水洗脱1个柱床体积截止,制得脱咖啡碱高EGCG含量酯型儿茶素产品,经抽真空旋转蒸发浓缩,回收酒精后,喷雾干燥得样品,咖啡碱含量为0.31%,茶多酚含量为98.8%,EGCG含量为65.8%,酯型儿茶素占儿茶素总量为97.3%。

[0035] 实施例2

[0036] 一种茶叶多产物同步模块化分离制备的方法,包括如下步骤:

[0037] (1) 水溶性茶叶提取物制备:按茶水比为1:15(w:v)的比例浸提,以65kg/h的茶叶投料速度和1000L/h的纯净水进料速度进行逆流提取,提取温度为90℃,控制逆流提取装置转轴转速为28-30Hz,茶叶提取时间为45min,浸提完成后依次进行离心除渣、微滤除杂、超滤截留、浓缩、喷雾干燥步骤制得水溶性茶叶提取物;

[0038] (2) 上样:配制固形物含量15%的茶叶提取物供试样,选取对茶多酚的吸附量和解析率高的LP-8大孔树脂,上样流速为1.5个柱床体积/小时;

[0039] (3) 梯度洗脱:分别用0%、20%、40%、60%、80%共5个体积浓度的乙醇-水溶液进行梯度洗脱,各组的洗脱体积为2个柱床体积,洗脱流速1.5个柱床体积/小时,富咖啡碱速溶茶、脱咖啡碱高茶多酚速溶茶和脱咖啡碱高EGCG含量酯型儿茶素的同步分离:

[0040] 优化收集洗脱液,从40%乙醇洗脱的1个柱床体积后开始收集洗脱液,至60%乙醇洗脱0.5个柱床体积截止,制得脱咖啡碱高茶多酚速溶茶,经抽真空旋转蒸发浓缩,回收酒精后,喷雾干燥得样品,经检测得,咖啡碱含量为0.72%,茶多酚含量为80.5%;

[0041] 60%乙醇0.5个柱床体积洗脱后的洗脱液可制备得脱咖啡碱高EGCG含量酯型儿茶素,经抽真空旋转蒸发浓缩,回收酒精后,喷雾干燥得样品,咖啡碱含量为0.41%,茶多酚含量为98.4%,EGCG含量为64.2%,酯型儿茶素占儿茶素总量为96.8%;

[0042] 此外,40%乙醇洗脱1个柱床体积前的收集液可制备得到富咖啡碱速溶茶,其咖啡碱含量为9.3%。

[0043] 实施例3

[0044] 一种茶叶多产物同步模块化分离制备的方法,包括如下步骤:

[0045] (1) 水溶性茶叶提取物制备:按茶水比为1:15(w:v)的比例浸提,以65kg/h的茶叶投料速度和1000L/h的纯净水进料速度进行逆流提取,提取温度为90℃,控制逆流提取装置

转轴转速为28-30Hz,茶叶提取时间为45min,浸提完成后依次进行离心除渣、微滤除杂、超滤截留、浓缩、喷雾干燥步骤制得水溶性茶叶提取物;

[0046] (2) 上样:配制固形物含量3%的茶叶提取物供试样,选取对茶多酚的吸附量和解析率高的LP-8大孔树脂,上样流速为1.5个柱床体积/小时;

[0047] (3) 梯度洗脱:分别用0%、20%、40%、60%、80%体积浓度的乙醇-水溶液进行梯度洗脱,各组的洗脱体积为2个柱床体积,洗脱流速1.5个柱床体积/小时,富咖啡碱高茶多酚含量速溶茶和脱咖啡碱高EGCG含量酯型儿茶素的同步制备:

[0048] 从水洗脱开始收集洗脱液,梯度洗脱至60%乙醇洗脱0.5个柱床体积为止,旨在收集富咖啡碱高茶多酚速溶茶产品,经抽真空旋转蒸发浓缩,回收酒精后,喷雾干燥得样品;

[0049] 从60%乙醇洗脱的0.5个柱床体积后开始收集洗脱液,至水洗脱1个柱床体积截止,制得脱咖啡碱高EGCG含量酯型儿茶素产品,经抽真空旋转蒸发浓缩,回收酒精后,喷雾干燥得样品。

[0050] 本发明的保护内容不局限于以上实施例。在不背离发明构思的精神和范围下,本领域技术人员能够想到的变化和优点都被包括在本发明中,并且以所附的权利要求为保护范围。

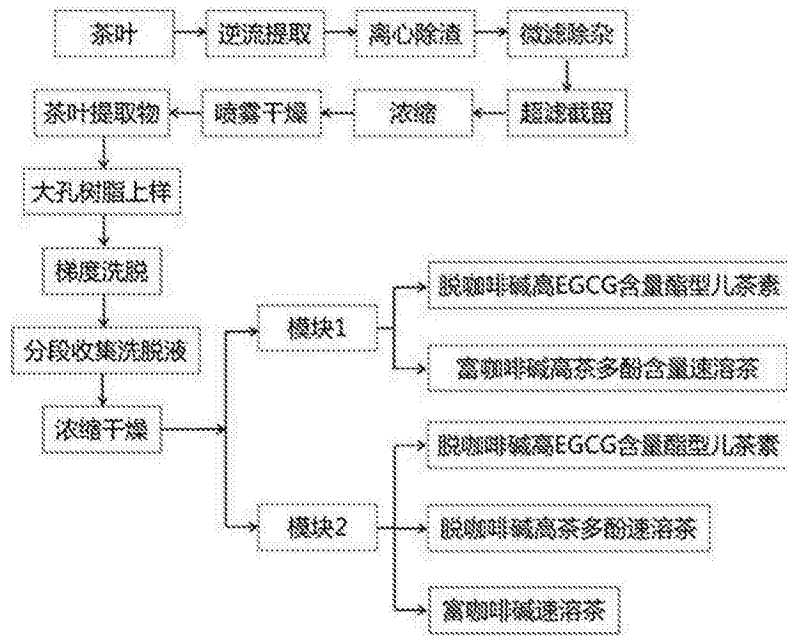


图1

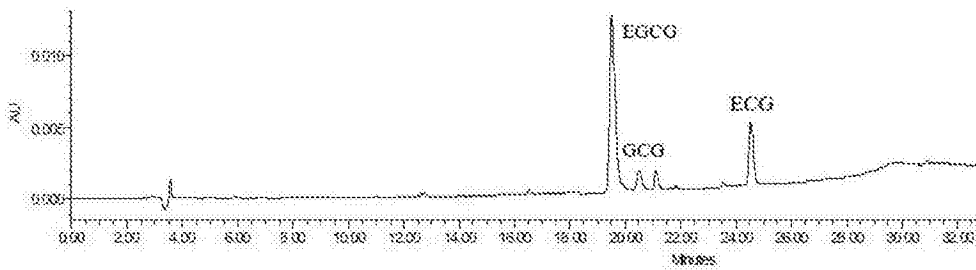


图2