



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106977439 A

(43)申请公布日 2017.07.25

(21)申请号 201710178784.0

(22)申请日 2017.03.23

(71)申请人 广州智特奇生物科技股份有限公司

地址 510530 广东省广州市中新广州知识
城凤凰三路17号自编五栋450室

(72)发明人 吴世林 檀凯 江华峰

(74)专利代理机构 广州嘉权专利商标事务所有
限公司 44205

代理人 胡辉

(51)Int.Cl.

C07C 403/24(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种叶黄素的异构化方法

(57)摘要

本发明公开了一种叶黄素的异构化方法,包括以下步骤:将叶黄素分散在溶剂中,加入酸或/和离子液体,再加入金属盐催化剂,进行催化反应,得到玉米黄质。本发明的异构化方法可以得到高含量玉米黄质,转化率高,产品纯度高,粗产品中叶黄素含量可降至8%以下,玉米黄质含量可达80%以上,为叶黄素转化为玉米黄质提供了一种经济可行的工艺路线。

1. 一种叶黄素的异构化方法,其特征在于:包括以下步骤:将叶黄素分散在溶剂中,加入酸或/和离子液体,再加入金属盐催化剂,进行催化反应,得到玉米黄质。
2. 根据权利要求1所述的异构化方法,其特征在于:所述的溶剂为正己烷、二氯甲烷、环己烷、石油醚、乙酸乙酯、丙酮、苯、甲苯、二甲苯、甲醇、乙醇、水中的至少一种。
3. 根据权利要求1所述的异构化方法,其特征在于:所述的叶黄素、溶剂的质量体积比为1g:(10~30)mL。
4. 根据权利要求1所述的异构化方法,其特征在于:所述的酸为有机酸、无机酸中的至少一种,添加量为叶黄素质量的0.1%~5%。
5. 根据权利要求4所述的异构化方法,其特征在于:所述的有机酸为甲酸、乙酸、丙酸、乙二酸、对甲苯磺酸、三氟甲磺酸、苯磺酸中的至少一种,所述的无机酸为硫酸、盐酸、磷酸、硝酸、高氯酸、氢溴酸、氢碘酸中的至少一种。
6. 根据权利要求1所述的异构化方法,其特征在于:所述的离子液体为吡咯盐酸盐、三甲胺盐酸盐、三乙胺盐酸盐、四丁基溴化磷、三丁基乙基溴化磷、N-己基吡啶六氟磷酸盐、N-己基吡啶四氟硼酸盐中的至少一种,添加量为叶黄素质量的0.1%~5%。
7. 根据权利要求1所述的异构化方法,其特征在于:所述的金属盐催化剂为铜系催化剂、铁系催化剂中的至少一种,添加量为叶黄素质量的0.05%~1%。
8. 根据权利要求7所述的异构化方法,其特征在于:所述的铜系催化剂为乙酰丙酮铜、硫酸铜、醋酸铜、碘化亚铜、氯化亚铜、溴化亚铜中的至少一种。
9. 根据权利要求7所述的异构化方法,其特征在于:所述的铁系催化剂为氯化铁、乙酰丙酮铁、羰基铁、硫酸铁中的至少一种。
10. 根据权利要求1所述的异构化方法,其特征在于:所述的催化反应在30℃~80℃下进行,反应时间为5~12小时。

一种叶黄素的异构化方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种叶黄素的异构化方法。

背景技术

[0002] 叶黄素是类胡萝卜素家族中的一员,广泛存在于万寿菊、香蕉和玉米等天然植物当中。自然界中,叶黄素和玉米黄质一般共同存在,他们被广泛用于家禽的蛋黄、皮肤及皮下脂肪着色,鱼类及甲壳类动物的皮肤及肉质着色,也被用作食品添加剂。研究表明,玉米黄质对黄色沉积更敏感,着色效果更佳,应用前景更好,但天然植物中玉米黄质的含量要远远低于叶黄素。

[0003] 众所周知,叶黄素在强碱催化下发生异构化反应能生成玉米黄质。PCT专利公开W096/02594中叙述了一种控温控压的条件下在强碱性溶液中将叶黄素异构化成玉米黄质的方法,所用的无机碱为碱金属氢氧化物、氢氧化钙、碳酸钠或氢氧化铵,有机碱为乙胺、乙醇胺或吗啉,只用水作为溶剂,该方法中叶黄素的转化率很低,仅仅只有10%~20%。

[0004] 因此,有必要开发一种新的叶黄素异构化方法。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种叶黄素的异构化方法。

[0006] 本发明所采取的技术方案是:

一种叶黄素的异构化方法,包括以下步骤:将叶黄素分散在溶剂中,加入酸或/和离子液体,再加入金属盐催化剂,进行催化反应,得到玉米黄质。

[0007] 所述的溶剂为正己烷、二氯甲烷、环己烷、石油醚、乙酸乙酯、丙酮、苯、甲苯、二甲苯、甲醇、乙醇、水中的至少一种。

[0008] 所述的叶黄素、溶剂的质量体积比为1g:(10~30)mL。

[0009] 所述的酸为有机酸、无机酸中的至少一种,添加量为叶黄素质量的0.1%~5%。

[0010] 所述的有机酸为甲酸、乙酸、丙酸、乙二酸、对甲苯磺酸、三氟甲磺酸、苯磺酸中的至少一种,所述的无机酸为硫酸、盐酸、磷酸、硝酸、高氯酸、氢溴酸、氢碘酸中的至少一种。

[0011] 所述的离子液体为吡咯盐酸盐、三甲胺盐酸盐、三乙胺盐酸盐、四丁基溴化磷、三丁基乙基溴化磷、N-己基吡啶六氟磷酸盐、N-己基吡啶四氟硼酸盐中的至少一种,添加量为叶黄素质量的0.1%~5%。

[0012] 所述的金属盐催化剂为铜系催化剂、铁系催化剂中的至少一种,添加量为叶黄素质量的0.05%~1%。

[0013] 所述的铜系催化剂为乙酰丙酮铜、硫酸铜、醋酸铜、碘化亚铜、氯化亚铜、溴化亚铜中的至少一种。

[0014] 所述的铁系催化剂为氯化铁、乙酰丙酮铁、羰基铁、硫酸铁中的至少一种。

[0015] 所述的催化反应在30℃~80℃下进行,反应时间为5~12小时。

[0016] 本发明的有益效果是:本发明的异构化方法可以得到高含量玉米黄质,转化率高,

产品纯度高,制备得到的粗产品中叶黄素含量可降至8%以下,玉米黄质含量可达80%以上,为叶黄素转化为玉米黄质提供了一种经济可行的工艺路线。

具体实施方式

[0017] 一种叶黄素的异构化方法,包括以下步骤:将叶黄素分散在溶剂中,加入酸或/和离子液体,再加入金属盐催化剂,进行催化反应,得到玉米黄质。

[0018] 优选的,所述的溶剂为正己烷、二氯甲烷、环己烷、石油醚、乙酸乙酯、丙酮、苯、甲苯、二甲苯、甲醇、乙醇、水中的至少一种。

[0019] 优选的,所述的叶黄素、溶剂的质量体积比为1g:(10~30)mL。

[0020] 优选的,所述的酸为有机酸、无机酸中的至少一种,添加量为叶黄素质量的0.1%~5%。

[0021] 优选的,所述的有机酸为甲酸、乙酸、丙酸、乙二酸、对甲苯磺酸、三氟甲磺酸、苯磺酸中的至少一种,所述的无机酸为硫酸、盐酸、磷酸、硝酸、高氯酸、氢溴酸、氢碘酸中的至少一种。

[0022] 优选的,所述的离子液体为吡咯盐酸盐、三甲胺盐酸盐、三乙胺盐酸盐、四丁基溴化磷、三丁基乙基溴化磷、N-己基吡啶六氟磷酸盐、N-己基吡啶四氟硼酸盐中的至少一种,添加量为叶黄素质量的0.1%~5%。

[0023] 优选的,所述的金属盐催化剂为铜系催化剂、铁系催化剂中的至少一种,添加量为叶黄素质量的0.05%~1%。

[0024] 优选的,所述的铜系催化剂为乙酰丙酮铜、硫酸铜、醋酸铜、碘化亚铜、氯化亚铜、溴化亚铜中的至少一种。

[0025] 优选的,所述的铁系催化剂为氯化铁、乙酰丙酮铁、羰基铁、硫酸铁中的至少一种。

[0026] 优选的,所述的催化反应在30℃~80℃下进行,反应时间为5~12小时。

[0027] 下面结合具体实施例对本发明作进一步的解释和说明。

[0028] 实施例1:

将10g叶黄素溶于200mL石油醚,加入0.01g吡咯盐酸盐,再加入0.005g乙酰丙酮铜,升温到60℃,搅拌反应8小时,得到高含量玉米黄质。

[0029] 经测试,该高含量玉米黄质产品中叶黄素含量为7.2%,玉米黄质含量为88.3%。

[0030] 实施例2:

将10g叶黄素溶于200mL正己烷和100mL水所组成的混合溶液,加入0.1g乙酸,再加入0.05g氯化亚铜,升温到68℃,搅拌反应10小时,得到高含量玉米黄质。

[0031] 经测试,该高含量玉米黄质产品中叶黄素含量为12%,玉米黄质含量为84.5%。

[0032] 实施例3:

将10g叶黄素溶于150mL二氯甲烷,加入0.5g丙酸,再加入0.1g硫酸铜,升温到30℃,搅拌反应12小时,得到高含量玉米黄质。

[0033] 经测试,该高含量玉米黄质产品中叶黄素含量为19.4%,玉米黄质含量为78%。

[0034] 实施例4:

将10g叶黄素溶于100mL石油醚,加入0.2g磷酸,再加入0.05g乙酰丙酮铁,升温到80℃,搅拌反应12小时,得到高含量玉米黄质。

[0035] 经测试,该高含量玉米黄质产品中叶黄素含量为20%,玉米黄质含量为76.5%。

[0036] 实施例5:

将10g叶黄素溶于100mL石油醚,加入0.1g三乙胺盐酸盐,再加入0.05g乙酰丙酮铁,升温到78℃,搅拌反应5小时,得到高含量玉米黄质。

[0037] 经测试,该高含量玉米黄质产品中叶黄素含量为7.8%,玉米黄质含量为89.5%。

[0038] 注:实施例1~5中的叶黄素均为市售叶黄素根据专利US5780693提供的方法纯化而来,其中叶黄素含量为93%,玉米黄质含量为6.1%。

[0039] 上述实施例为本发明较佳的实施方式,但本发明的实施方式并不受上述实施例的限制,其他的任何未背离本发明的精神实质与原理下所作的改变、修饰、替代、组合、简化,均应为等效的置换方式,都包含在本发明的保护范围之内。