



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112424176 A

(43) 申请公布日 2021.02.26

(21) 申请号 202080002547.9

(51) Int.Cl.

(22) 申请日 2020.09.21

C07D 291/06 (2006.01)

(85) PCT国际申请进入国家阶段日
2020.10.30

(86) PCT国际申请的申请数据
PCT/CN2020/116530 2020.09.21

(71) 申请人 安徽金禾实业股份有限公司
地址 239200 安徽省滁州市来安县城东大街127号

(72) 发明人 王从春 陈永旭 沈孝峰 陈朝晖
沈东东

(74) 专利代理机构 北京市隆安律师事务所
11323

代理人 权鲜枝

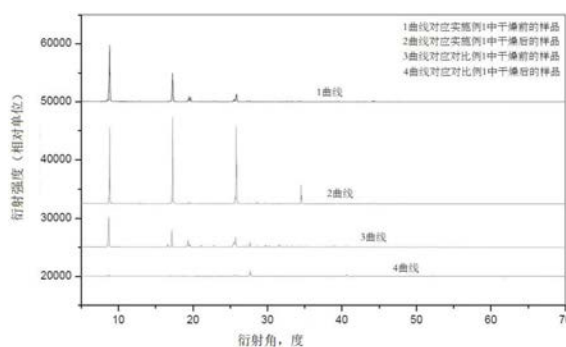
权利要求书1页 说明书8页 附图1页

(54) 发明名称

安赛蜜的精制方法

(57) 摘要

本申请提供一种安赛蜜的精制方法,包括:向含有安赛蜜粗产品溶液中加入双氧水和活性炭,在第一预设温度下保持第一预设时间,经过滤得到安赛蜜母液;将安赛蜜母液浓缩至预设浓度,得到浓缩溶液,将浓缩溶液在第二预设温度下静置第二预设时间,以形成安赛蜜晶核,得到含晶核溶液;将含晶核溶液进行程序降温,获得含有大量安赛蜜晶体的溶液;将含有大量安赛蜜晶体的溶液离心、水洗、干燥,获得安赛蜜晶体产品。本申请的有益效果在于:通过控制结晶过程和工艺,得到了高品质、高纯度的结晶产品,杂质含量少,显著提高了安赛蜜晶体的纯度和质量;且工艺简单,条件温和可控,对设备和人员技术要求低,非常适合大规模工业化生产。



1. 一种安赛蜜的精制方法,其特征在于,包括:

预处理步骤:向含有安赛蜜粗产品溶液中加入双氧水和活性炭,在第一预设温度下保持第一预设时间,经过滤得到安赛蜜母液;

晶核形成步骤:将所述安赛蜜母液浓缩至预设浓度,得到浓缩溶液,将浓缩溶液在第二预设温度下静置第二预设时间,以形成安赛蜜晶核,得到含晶核溶液;

结晶形成步骤:将所述含晶核溶液进行程序降温,获得含有大量安赛蜜晶体的溶液;

精制步骤:将所述含有大量安赛蜜晶体的溶液离心、水洗、干燥,获得安赛蜜晶体产品。

2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述双氧水的质量用量为所述安赛蜜的粗产品溶液总质量的0.1wt%~10wt%,优选0.5wt%~2wt%;

所述活性炭的质量用量为所述安赛蜜的粗产品溶液总质量的0.1wt%~5wt%,优选0.2wt%~4wt%。

3. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在所述预处理步骤中,所述第一预设温度为40℃~90℃;所述第一预设时间为1h~8h。

4. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在所述晶核形成步骤中,所述浓缩采用减压蒸馏,所述减压蒸馏的温度为45~80℃,优选55~65℃;所述减压蒸馏压力维持在-95KPa~-101KPa,所述减压蒸馏的时间为10min~12min。

5. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在所述晶核形成步骤中,所述预设浓缩为固相含量为所述安赛蜜母液总质量的30wt%~90wt%,优选为40wt%~80wt%。

6. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在所述晶核形成步骤中,所述第二预设温度为40℃~70℃,优选45℃~60℃;

所述第二预设时间为0.1h~4h;优选0.5h~2h。

7. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在所述结晶形成步骤中,所述程序降温为:首先从第二预设温度以1℃/10~60min的速度降温至43~45℃,并保持0.5h~8h;然后以1℃/10~60min的速度降温至8~12℃。

8. 根据权利要求7所述的方法,其特征在于,在所述结晶形成步骤中,所述程序降温为:首先从第二预设温度以1℃/10~60min的速度降温至45℃,并保持0.5h~8h;然后以1℃/10~60min的速度降温至10℃。

9. 一种安赛蜜晶体,其特征在于,其是采用权利要求1-8中任意一项所述精制方法制得的,所述安赛蜜纯度高于99.20%,有机杂质含量低于10ppm,水分含量低于0.3wt%。

10. 根据权利要求9所述的安赛蜜晶体,其特征在于,在干燥前,所述安赛蜜晶体的最强三组衍射峰位分别是 8.8 ± 0.2 、 17.3 ± 0.2 和 28.8 ± 0.2 ;

在干燥后,所述安赛蜜晶体的XRD谱峰强度弱于干燥前的安赛蜜晶体的谱峰强度,此时,最强峰位置 8.8 ± 0.2 ,次强峰位置 17.3 ± 0.2 。

安赛蜜的精制方法

技术领域

[0001] 本申请属于精细化工制造领域,具体地,本申请涉及一种安赛蜜的精制方法。

背景技术

[0002] 传统的安赛蜜生产工艺中的精制过程是将分离有机相所得的母液,俗称糖水,经过脱色、加热浓缩、冷冻结晶和离心分离等一系列步骤,得到粗糖(江玉,甜味剂安赛蜜的合成研究,《科技创新导报》2008,35,9);粗糖再经过至少两次重结晶才能得到合格的安赛蜜产品。目前安赛蜜生产精制工艺最大的困难是生产过程中产生的有机杂质会从初糖带到最终产品上,导致糖中有机杂质含量超标,产品颜色较深,产品纯度和品质问题一直困扰着生产企业。因而,安赛蜜的纯化过程决定了最终产品的纯度和品质。分析原因,一是糖水中有有机杂质的纯化和脱色过程不能满足要求,二是结晶步骤的控制不到位,使得产品的纯度、生产效率以及收率不尽如人意,从而进一步对产品的生产成本造成影响,结果导致糖水颜色不好、结晶不完全、杂质含量高、纯度有限、收率偏低等问题。

[0003] 当前从糖水到合格产品的纯化工艺是间歇性生产,多次结晶能量消耗高且资源浪费严重,人为操作繁琐,生产成本较高,且反应设备复杂多样、温度变化大,设备的使用寿命短;生产时断时续,装置利用率低,成品中杂质含量容易超标,产品品质不能满足市场要求,严重影响产品的市场价值。

[0004] 需要说明的是,这里的陈述仅提供与本申请有关的背景信息,而不必然地构成现有技术。

[0005] 申请内容

[0006] 鉴于上述问题,提出了本申请以便提供一种克服上述问题或者至少部分地解决上述问题的安赛蜜的精制方法。

[0007] 根据本申请的一方面,提供了一种安赛蜜的精制方法,包括:

[0008] 预处理步骤:向含有安赛蜜粗产品溶液中加入双氧水和活性炭,在第一预设温度下保持第一预设时间,得到安赛蜜母液;

[0009] 晶核形成步骤:将所述安赛蜜母液浓缩至预设浓度,得到浓缩溶液,将浓缩溶液在第二预设温度下静置第二预设时间,以形成安赛蜜晶核,得到含晶核溶液;

[0010] 结晶形成步骤:将所述含晶核溶液进行程序降温,获得含有大量安赛蜜晶体的溶液;

[0011] 精制步骤:将所述含有大量安赛蜜晶体的溶液离心、水洗、干燥,获得安赛蜜晶体产品。

[0012] 根据本申请的另一方面,提供了一种安赛蜜晶体,其是采用上述的精制方法制得的,所制得的安赛蜜纯度高于99.20%,有机杂质含量低于10ppm,水分含量低于0.3wt%。

[0013] 本申请的有益效果在于:通过控制预处理步骤,对待结晶溶液(即糖水)进行氧化脱色处理,降低了安赛蜜初糖中有机杂质含量,避免了有机杂质被带到最终的结晶产品中,造成产品纯度低、颜色发黄等弊端;另外,本申请通过控制结晶过程和工艺,得到了高品质、

高纯度的结晶产品,杂质含量少,显著提高了安赛蜜晶体的纯度和质量;且工艺简单,条件温和可控,对设备和人员技术要求低,非常适合大规模工业化生产。

[0014] 上述说明仅是本申请技术方案的概述,为了能够更清楚了解本申请的技术手段,而可依照说明书的内容予以实施,并且为了让本申请的上述和其它目的、特征和优点能够更明显易懂,以下特举本申请的具体实施方式。

附图说明

[0015] 通过阅读下文优选实施方式的详细描述,各种其他的优点和益处对于本领域普通技术人员将变得清楚明了。附图仅用于示出优选实施方式的目的,而并不认为是对本申请的限制。而且在整个附图中,用相同的参考符号表示相同的部件。在附图中:

[0016] 图1:示出了实施例1和对比例1制备的安赛蜜结晶的XRD谱图。

具体实施方式

[0017] 下面将参照附图更详细地描述本申请的示例性实施例。虽然附图中显示了本申请的示例性实施例,然而应当理解,可以以各种形式实现本申请而不应被这里阐述的实施例所限制。相反,提供这些实施例是为了能够更透彻地理解本申请,并且能够将本申请的范围完整的传达给本领域的技术人员。

[0018] 本申请的构思在于,对安赛蜜的待结晶溶液(即糖水)先通过氧化还原反应和物理吸附进行氧化脱色处理,降低初糖中有机杂质含量;再通过浓缩、保温形成晶核,然后利用二次成核过程充分结晶,得到的结晶晶型好、纯度高的安赛蜜晶体,显著减少包晶杂质含量,提高产品的纯度。

[0019] 本申请提供的安赛蜜的精制方法,包括:预处理步骤:向含有安赛蜜粗产品溶液中加入双氧水和活性炭,在第一预设温度下保持第一预设时间,经过滤后得到安赛蜜母液。

[0020] 在安赛蜜生产的过程中,结晶提纯是非常重要的一个步骤,直接关系到产品的质量,安赛蜜生产过程中得到的安赛蜜粗产品溶液中包含大量的有机杂质,如乙酰乙酰胺等,还有一些有色杂质,如双乙烯酮二聚后产生的二乙酰基三苯酚以及三聚四聚苯丙吡咯等化合物(E.Marcus and J.K.Chan, Novel Confensation Products of Diketen, J.Org.Chem.1967, 32, 9, 2881-2887.)。在本申请的预处理步骤中,采用双氧水对乙酰乙酰胺和多聚体等杂质进行处理,双氧水与有机杂质中的乙酰乙酰胺和多聚体等发生氧化还原反应,生成亲水性的羧酸等物质,在结晶精制的过程中,亲水性的羧酸等物质留在了溶液中,不会进入最终产品中。

[0021] 对于一些有色杂质,本申请采用活性炭进行吸附,活性炭是一种经特殊处理的炭,将有机原料(果壳、煤、木材等)在隔绝空气的条件下加热,以减少非碳成分,此过程称为炭化,然后与气体反应,表面被侵蚀,产生微孔发达的结构,此过程称为活化。由于活化的过程是一个微观过程,即大量的分子碳化物表面侵蚀是点状侵蚀,所以造成了活性炭表面具有无数细小孔隙。活性炭表面的微孔直径大多在2nm~50nm之间,即使是少量的活性炭,也有巨大的表面积,每克活性炭的表面积为500m²~1500m²,本申请利用活性炭的巨大的表面积对溶液中的有色杂质进行吸附,从而避免了有色杂质进入到最终的结晶产品中,提高了产品的纯度以及颜色等级。

[0022] 晶核形成步骤:将安赛蜜母液浓缩至预设浓度,得到浓缩溶液,将浓缩溶液在第二预设温度下静置第二预设时间,以形成安赛蜜晶核,得到含晶核溶液。

[0023] 结晶形成步骤:将含晶核溶液进行程序降温,获得含有大量安赛蜜晶体的溶液。

[0024] 本申请提供的安赛蜜精制方法的中结晶过程分为两个步骤,一个为晶核形成步骤,一个为结晶形成步骤,其中,晶核形成步骤是通过对条件的控制,使得安赛蜜母液中形成少量的晶核,这些晶核在结晶形成步骤中作为晶种,为结晶的大量生长提供基础。

[0025] 现有技术中往往通过反复重结晶的方法来制得安赛蜜结晶,这样生成的结晶存在很多缺陷,如产品的纯度低、收率低、工艺复杂、对设备和人员技术要求高等,而本申请通过将现有结晶步骤分成两步,通过条件的控制先促进安赛蜜晶核生成,在已有晶核的基础上,再通过程序降温手段,促进大量安赛蜜结晶的快速生成。

[0026] 精制步骤:将得到的含有大量安赛蜜晶体的溶液离心、水洗、干燥,获得安赛蜜晶体产品。

[0027] 最后,通过常规的后处理技术,包括但不限于离心、水洗、干燥等技术,即可获得高纯度、高收率的安赛蜜晶体产品。

[0028] 可见,本申请通过控制预处理步骤,对待结晶溶液(即糖水)进行氧化脱色处理,降低了安赛蜜初糖中有机杂质含量,避免了有机杂质被带到最终的结晶产品中,造成产品纯度低、颜色发黄等弊端;另外,本申请通过控制结晶过程和工艺,得到了高品质、高纯度的结晶产品,杂质含量少,显著提高了安赛蜜晶体的纯度和质量;且工艺简单,条件温和可控,对设备和人员技术要求低,非常适合大规模工业化生产。

[0029] 双氧水的用量

[0030] 本申请对双氧水的用量不做限制,在一些实施例中,双氧水的质量用量为安赛蜜的粗产品溶液总质量的0.1wt%~10wt%,优选0.5wt%~2wt%。由于有机杂质占安赛蜜的粗产品溶液的量是可以预知的或估知的,因此,可根据安赛蜜的粗产品溶液的总质量确定双氧水的用量,若双氧水的质量用量少于安赛蜜的粗产品溶液总质量的0.1wt%,则用量过少,不能完全中和掉双氧水中具有还原性的有机杂质;若双氧水的质量用量多于安赛蜜的粗产品溶液的总质量的10wt%,则用量过多,由于双氧水具有极强的氧化性,过剩的双氧水会腐蚀设备,且造成后处理过程复杂,难以处理。

[0031] 活性炭的用量

[0032] 本申请对活性炭的用量不做限制,在一些实施例中,活性炭的质量用量为安赛蜜的粗产品溶液总质量的0.1wt%~5wt%,优选0.2wt%~4wt%。由于有色杂质占安赛蜜的粗产品溶液的量是可以预知的或估知的,因此,可根据安赛蜜的粗产品溶液总质量确定活性炭的用量,若活性炭的质量用量少于安赛蜜的粗产品溶液总质量的0.1wt%,则用量过少,不能完全吸附掉安赛蜜粗产品溶液中的有色杂质;若活性炭的质量用量多于安赛蜜的粗产品溶液总质量的5wt%,则用量过多,造成不必要的浪费,也给后续的过滤程序增加了负担。

[0033] 预处理步骤中的反应条件

[0034] 在本申请的预处理步骤中,同时发生两个反应,其一是双氧水与有机杂质进行氧化还原化学反应,其二是活性炭对有色杂质的物理吸附反应,上述两种反应在一定的条件下才能够达到理想的效果,本申请通过大量的筛选工作,确定该步骤中,第一预设温度为40

℃～90℃；第一预设时间为1h～8h。

[0035] 若第一预设温度小于40℃，第一预设时间小于1h，上述氧化还原化学反应和物理吸附反应由于条件过于缓和，接触时间过短，均不能反应彻底；若第一预设温度大于90℃，第一预设时间大于8h，上述氧化还原化学反应和物理吸附反应由于条件过于激烈，接触时间过长，反应过于激烈，尤其是氧化还原化学反应，甚至可能引起局部爆沸。

[0036] 晶核形成过程中浓缩的方式和条件

[0037] 在本申请的晶核形成步骤中，对浓缩的方式和条件不做限制，在本申请的一些实施例中，浓缩采用减压蒸馏的方式，减压蒸馏的温度为45～80℃，优选55～65℃；减压蒸馏压力维持在-95KPa～-101KPa，减压蒸馏的时间为10min～12min。减压蒸馏的条件以快速的使安赛蜜母液达到预设浓度为准，且不对设备产生过大的负荷。

[0038] 晶核形成过程中的预设浓度

[0039] 在本申请的晶核形成步骤中，对预设浓度不做限制，在本申请的一些实施例中，预设浓缩为固相含量为安赛蜜母液总质量的30wt%～90wt%，优选为40wt%～80wt%。

[0040] 预设浓度的设置关系到后续晶核和结晶是否能够顺利生成，在浓缩过程中，若安赛蜜母液中固相含量小于安赛蜜母液总质量的30wt%，则溶剂过多，导致在后续的晶核生成步骤中，很难生成晶核；若安赛蜜母液中固相含量大于安赛蜜母液总质量的90wt%，则溶剂过少，导致在后续的晶核生成步骤的保温过程中，溶剂快速蒸发完全，晶核和结晶的形成不能有效分离，导致生成大量的不规则结晶，甚至导致整个精制工艺失败。

[0041] 晶核形成的温度及时间条件

[0042] 在本申请的晶核形成步骤中，第二预设温度为40℃～70℃，优选45℃～60℃；第二预设时间为0.1h～4h；优选0.5h～2h。

[0043] 在晶核形成过程中，保温温度和保温时间是促进晶核生成的重要参数，如果控制不当，晶核就不能生成。在本申请的一些实施例中，第二预设温度为40～70℃，第二预设时间为0.1h～4h；在本申请的另一一些实施例中，预设温度为45～60℃；第二预设时间为0.5h～2h。若第二预设温度小于40℃，则温度过低，会造成在晶核形成的过程中溶剂蒸发过慢，晶核难以析出；若第二预设温度大于60℃，则温度过高，会造成在晶核形成的过程中，析出的晶核极不规则；保温时间的设定也需要大量的考察，若该时间，即第二预设时间短于0.1h，则时间过短，会造成晶核还未析出或者晶核刚开始析出或者晶核只有少量析出，晶核过少，则不能为后续结晶步骤提供有效的晶种；若该时间长与2h，则时间过长，会造成晶核大量析出，甚至产生部分结晶，结晶晶型复杂，不是本申请中预期的晶型。

[0044] 结晶形成过程中的程序降温条件

[0045] 在本申请的结晶形成步骤中，程序降温条件的选择是直接关系到能否大量、快速形成高质量结晶的关键步骤，在本申请的一些实施例中，程序降温为：首先从第二预设温度以1℃/10～60min的速度降温至40～45℃，并保持0.5h～8h；然后以1℃/10～60min的速度降温至8～12℃。在本申请的另一一些实施例中，首先从第二预设温度以1℃/10～60min的速度降温至45℃，并保持0.5h～8h；然后以1℃/10～60min的速度降温至10℃。

[0046] 采用上述任一方法均可制得高纯度的安赛蜜结晶，制得的安赛蜜纯度高于99.30%，有机杂质含量低于10ppm，水分含量低于0.3wt%。

[0047] 目前，现有技术中，通过安赛蜜成品中，安赛蜜的纯度一般在93.0wt%～99.0%之

间,很难达到99.0%以上的纯度,采用本申请的精制方法制得的安赛蜜纯度高于99.0%,有机杂质含量低于10ppm,水分含量低于0.3wt%。

[0048] 采用XRD对本申请一些实施例制得的安赛蜜结晶进行了测定,在干燥前,安赛蜜晶体的最强三组衍射峰位分别是 8.8 ± 0.2 、 17.3 ± 0.2 和 28.8 ± 0.2 ;在干燥后,安赛蜜晶体的XRD谱峰强度弱于干燥前的安赛蜜晶体的谱峰强度,此时,最强峰位置 8.8 ± 0.2 ,次强峰位置 17.3 ± 0.2 。由此可见,制备的湿的安赛蜜样品有好的晶体结构,样品的XRD谱峰简单而强度大;所得的样品经过干燥到无水样品后部分晶体结构被破坏,样品的XRD谱峰也弱于干燥前的。

[0049] 本申请中涉及的测试方法

[0050] 本申请中各实施例和对比例中采用的测试手段如下所述,在各个实施例中不再赘述。

[0051] 本申请中涉及的安赛蜜的分析测试方法可参考《食品添加剂国家标准GB/T5009.140-2003饮料中乙酰磺胺酸钾(安赛蜜)的测定》。

[0052] 安赛蜜的分析和测定条件:日本岛津高效液相色谱仪(紫外检测器),LC-10ADVP高压泵,CT0-10ASVP恒温箱;色谱柱:Agilent XDB C18柱(250mm×4.6mm,5μm);流动相:0.02mol/L硫酸铵(780mL)+甲醇(100mL)+乙腈(30mL);柱温:30℃;流量:0.8mL/min。外标法测量含量。

[0053] 杂质含量(灼烧残渣)的测定方法或条件:同上。

[0054] X-射线衍射图谱(XRD)的测定条件:X-射线衍射仪,型号Bruker B8Advance,采用Cu靶的Kα1射线,波长1.5418nm。

[0055] 水分含量的测试方法和条件:参考《国家标准GB/T 6283-2008化工产品中水分含量的测定卡尔·费休法(通用方法)》。

[0056] 实施例1

[0057] 向前道工序得到的安赛蜜待结晶溶液(即糖水)200mL(含安赛蜜20wt%)中加入活性炭0.5g和双氧水0.5g,80℃下搅拌保温2h后,趁热过滤出活性炭,将得到的糖水在-0.095MPa,70℃下,进行减压蒸馏浓缩1h,至预设浓度30wt%。将浓缩溶液在60℃保持温度保温1小时,形成有效晶核。以20分钟每1℃的速度降温到45℃左右,再保温2小时;然后以20分钟每1℃的速度降温到10℃左右,得到大量结晶。离心并用少量冷的超纯水洗涤得到湿的离心样品,经干燥后得到高纯度的固体晶体25g,纯度99.5%,杂质含量10ppm,水分含量0.2wt%。样品干燥前后测量XRD的谱图见附图1。

[0058] 对比例1

[0059] 向前道工序得到的安赛蜜待结晶溶液(即糖水)200mL(含安赛蜜20wt%) 在-0.095MPa,70℃下,直接进行减压蒸馏浓缩1h,到安赛蜜的固体浓度为30wt%,得到安赛蜜母液,然后将其快速降温到10℃下,结晶12h,得到大量结晶。经离心并用少量冷的超纯水洗涤得到湿的离心样品,再经干燥后,得到高纯度的固体晶体21g,纯度99.0%,杂质含量50ppm,水分含量0.3wt%。样品干燥前后测量XRD的谱图见附图1数据。

[0060] 从实施例1和对比例1看出,实施例1中得到安赛蜜固体25g,对比例1中得到安赛蜜固体21g,即实施例1中的安赛蜜结晶收率远远大于对比例1。

[0061] 图1示出了实施例1和对比例1制备的安赛蜜晶体的XRD谱图。其中,1曲线和3曲线

分别显示的是实施例1和对比例1制备的安赛蜜样品干燥前的XRD谱图,即湿样的XRD谱图,2曲线和4曲线分别显示的是实施例1和对比例1制备的安赛蜜样品干燥后的XRD谱图,即干样的XRD谱图。从图1中可以看到实施例1和对比例1两种方法得到的晶体结构存在着很大的差异:

[0062] 第一,从图1中的3曲线可以看出,对比例1制备的干燥前的安赛蜜样品几乎无信号,说明该样品基本上是无定形结构,而从1曲线可以看出,实施例1制备的干燥前的安赛蜜样品的XRD谱峰强度大,峰简单而强度大,是非常好的晶体结构,对应的最强三组衍射峰位分别是 8.8 ± 0.2 、 17.3 ± 0.2 和 28.8 ± 0.2 ,另外 34.5 ± 0.2 处有一小峰。

[0063] 第二,从2曲线和4曲线可以看出,对比例1和实施例1所得的样品经过干燥后得到无水样品后的晶体均有明显的变化,对比例1制备的干燥后的安赛蜜样品经过干燥过程,形成了一定的晶型结构,主要谱峰位置与本发明方法制备的样品干燥后的谱峰几乎一致,说明主要的晶型基本一致。但是,对比例1中制备的安赛蜜经干燥后的谱峰较本法的弱,也说明实施例1最终产品晶体结构更好。比较本发明实施例1制备的样品干燥后的XRD谱图,发现干燥前后谱峰有明显的改变,干燥后样品的谱峰最强衍射峰位是 8.8 ± 0.2 ,次强峰位 17.3 ± 0.2 , 28.8 ± 0.2 处留有小峰, 34.5 ± 0.2 小峰消失,而在 19.5 ± 0.2 和 28.6 ± 0.2 处出现小峰,说明在干燥过程中部分晶体结构被破坏,产品干燥后样品的晶型完整性下降,并且有其他结构的晶型出现。

[0064] 实施例2

[0065] 向前道工序得到的安赛蜜待结晶溶液(即糖水)200mL(含安赛蜜20wt%)中加入活性炭0.5g和双氧水0.5g,80℃下搅拌保温2h后,趁热过滤出活性炭,将得到的糖水进行减压(-0.095MPa 、70℃)蒸馏浓缩1h,至预设浓度40wt%。将浓缩溶液在60℃保持温度保温1小时,形成有效晶核。以10分钟每1℃的速度降温到45℃左右,再保温1小时;然后以10分钟每1℃的速度降温到10℃左右,得到大量结晶。离心并用少量冷的超纯水洗涤得到湿的离心样品,干燥后得到高纯度的固体晶体31g,纯度99.2%,杂质含量20ppm,水分含量0.3wt%。样品干燥前后测量XRD的谱图见附图1数据。

[0066] 实施例3

[0067] 向前道工序得到的安赛蜜待结晶溶液(即糖水)200mL(含安赛蜜20wt%)加入活性炭0.5g和双氧水0.5g,80℃搅拌保温2h后趁热过滤出活性炭,糖水进行减压(-0.095MPa 、70℃)蒸馏浓缩1h,至预设浓度45wt%。将浓缩溶液在50℃保持温度保温1小时,形成有效晶核。以30分钟每1℃的速度降温到40℃左右,再保温2小时;然后以30分钟每1℃的速度降温到10℃左右,得到大量结晶。离心并用少量冷的超纯水洗涤得到湿的离心样品,干燥后得到高纯度的固体晶体32g,纯度99.6%,杂质含量4ppm,水分含量0.2wt%。

[0068] 实施例4

[0069] 向前道工序得到的安赛蜜待结晶溶液(即糖水)200mL(含安赛蜜25wt%)加入活性炭0.5g和双氧水0.5g,70℃搅拌保温2h后趁热过滤出活性炭,糖水进行减压(-0.095MPa 、70℃)蒸馏浓缩1h,至预设浓度45wt%。将浓缩溶液在50℃保持温度保温1小时,形成有效晶核。以30分钟每1℃的速度降温到40℃左右,再保温2小时;然后以30分钟每1℃的速度降温到10℃左右,得到大量结晶。离心并用少量冷的超纯水洗涤得到湿的离心样品,干燥后得到高纯度的固体晶体40g,纯度99.5%,杂质含量6ppm,水分含量0.2wt%。

[0070] 实施例5

[0071] 向前道工序得到的安赛蜜待结晶溶液(即糖水) 200mL(含安赛蜜25wt%)加入活性炭0.5g和双氧水0.5g, 80℃搅拌保温2h后趁热过滤出活性炭,糖水进行减压(-0.095MPa、70℃)蒸馏浓缩1h,至预设浓度45wt%。将浓缩溶液在50℃保持温度保温1小时,形成有效晶核。以30分钟每1℃的速度降温到40℃左右,再保温2小时;然后以30分钟每1℃的速度降温到10℃左右,得到大量结晶。离心并用少量冷的超纯水洗涤得到湿的离心样品,干燥后得到高纯度的固体晶体42g,纯度99.2%,杂质含量15ppm,水分含量0.2wt%。

[0072] 对比例2

[0073] 向前道工序得到的安赛蜜待结晶溶液(即糖水) 200mL(含安赛蜜25wt%)加热蒸馏,加入活性炭0.5g, 70℃搅拌保温2h后趁热过滤出活性炭。处理后糖水进行减压(-0.095MPa、70℃)蒸馏浓缩1h,至预设浓度40wt%。将浓缩溶液在55℃保持温度保温1小时,形成有效晶核。以10分钟每1℃的速度降温到45℃左右,再保温1小时;然后以10分钟每1℃的速度降温到10℃左右,得到大量结晶。离心并用少量冷的超纯水洗涤得到湿的离心样品,干燥后得到高纯度的固体晶体38g,纯度99.2%,杂质含量35ppm,水分含量0.3wt%。

[0074] 对比例3

[0075] 向前道工序得到的安赛蜜待结晶溶液(即糖水) 200mL(含安赛蜜25wt%)加热蒸馏,加入双氧水0.5g, 80℃搅拌保温2h后进行减压(-0.095MPa、70℃)蒸馏浓缩1h,至预设浓度40wt%。将浓缩溶液在60℃保持温度保温1小时,形成有效晶核。以10分钟每1℃的速度降温到45℃左右,再保温1小时;然后以10分钟每1℃的速度降温到10℃左右,得到大量结晶。离心并用少量冷的超纯水洗涤得到湿的离心样品,干燥后得到高纯度的固体晶体37g,纯度99.2%,杂质含量25ppm,水分含量0.3wt%。

[0076] 为了更加直观的对比实施例与比较例的技术效果,现将上述实施例1~5,对比例1~3所得产品性能以及产率列于表1,其中,待结晶溶液中安赛蜜固体含量为安赛蜜待结晶溶液的体积乘以其对应的质量分数得来。

[0077] 表1:实施例1~5,对比例1~3所得产品性能以及产率

[0078]	待结晶溶 液中安赛 蜜固体含 量(g)	干燥后得 到高纯度 安赛蜜固 体质量(g)	经计算得 安赛蜜产 率(%)	产品纯度 (%HPLC)	杂质含量 (ppm)	安赛蜜产 品中水分 含量 (wt%)
实施例 1	40	25	62.5	99.5	10	0.2
实施例 2	40	31	77.5	99.2	20	0.3

[0079]

实施例 3	40	32	80	99.6	4	0.2
实施例 4	50	40	80	99.5	6	0.2
实施例 5	50	42	84	99.2	15	0.2
对比例 1	40	21	52.5	99.0	50	0.3
对比例 2	50	38	76	99.2	35	0.3
对比例 3	50	37	74	99.2	25	0.3

[0080] 对比例2和对比例3均采用单一的方式对安赛蜜待结晶溶液进行预处理,从实施例5、对比例2和对比例3结果可以看出,最终产品的杂质含量均高于同时采用双氧水和活性炭同时对安赛蜜待结晶溶液进行预处理的最终产品的杂质含量;从实施例2,对比例2和对比例3中可以看出,实施例2中安赛蜜结晶的收率显著高于对比例2和对比例3,说明同时采用双氧水和活性炭对安赛蜜待结晶溶液进行预处理的最终产品的收率高于采用单一的方式对安赛蜜待结晶溶液进行预处理的最终产品的收率。此外,实施例1和对比例1的精制效果明显不如实施例2~5,这是因为实施例1和对比例1均是将安赛蜜母液浓缩至30wt%的预设浓度,其精制效果不及安赛蜜母液浓缩至40wt%或45wt%的预设浓度的效果。

[0081] 综上所述,本申请通过控制预处理步骤,对待结晶溶液(即糖水)进行氧化脱色处理,降低了安赛蜜初糖中有机杂质含量,避免了有机杂质被带到最终的结晶产品中,造成纯度低、颜色发黄等弊端;另外,本申请通过控制结晶过程和工艺,得到了高品质、高纯度的结晶产品,杂质含量少,显著提高了安赛蜜晶体的纯度和质量;且工艺简单,条件温和可控,对设备和人员技术要求低,非常适合大规模工业化生产。

[0082] 以上所述,仅为本申请的具体实施方式,在本申请的上述教导下,本领域技术人员可以在上述实施例的基础上进行其他的改进或变形。本领域技术人员应该明白,上述的具体描述只是更好的解释本申请的目的,本申请的保护范围应以权利要求的保护范围为准。

[0083] 此外,本领域的技术人员能够理解,尽管在此所述的一些实施例包括其它实施例中所包括的某些特征而不是其它特征,但是不同实施例的特征的组合意味着处于本申请的范围之内并且形成不同的实施例。例如,在下面的权利要求书中,所要求保护的实施例的任意之一都可以以任意的组合方式来使用。

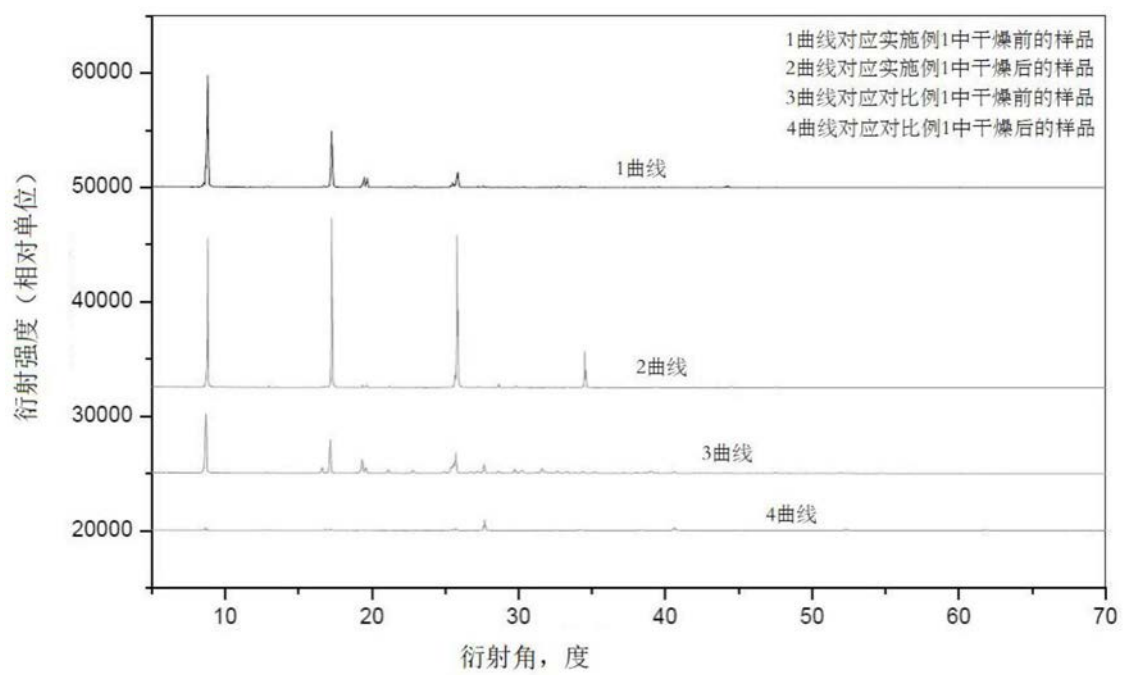


图1