

(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103304363 A

(43) 申请公布日 2013. 09. 18

(21) 申请号 201310242000. 8

C07D 311/40(2006. 01)

(22) 申请日 2013. 06. 18

C08B 37/06(2006. 01)

(71) 申请人 浙江省柑桔研究所

地址 318020 浙江省台州市黄岩区大桥路
11 号

(72) 发明人 曹雪丹 方修贵 赵凯

(74) 专利代理机构 台州蓝天知识产权代理有限公司 33229

代理人 詹锐

(51) Int. Cl.

C07C 13/21(2006. 01)

C07C 7/00(2006. 01)

C07D 311/30(2006. 01)

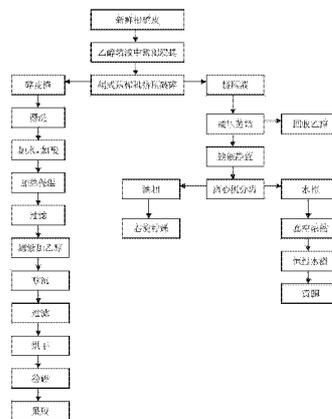
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

一种从柑橘皮中联合提取右旋柠烯、黄酮和果胶的方法

(57) 摘要

本发明提供了一种从柑橘皮中联合提取右旋柠烯、黄酮和果胶的方法,包括:将新鲜的柑橘皮切碎后浸入乙醇溶液中常温下密闭浸提后用辊式压榨机进行挤压破碎,分别收集碎皮渣和挤压液;碎皮渣投入自来水中漂洗,除去残留乙醇,用于制备果胶;所得挤压液进行减压蒸馏回收乙醇,所得残液静置用碟式离心机进行分离,油相即为右旋柠烯粗品,水相用于制备黄酮;将漂洗后所得碎皮渣加入自来水,调节 pH 至 2.0 左右,加热并保温,过滤;将所得滤液加入等体积乙醇溶液,经过滤、烘干、粉碎即得果胶;将离心机分离所得水相真空浓缩至原体积的 1/5-1/3,置 60℃ 恒温水浴蒸成浸膏,即得黄酮粗品。该方法能够在果胶成分不遭破坏的前提下,实现黄酮和右旋柠烯共三种成分的提取分离,且互不影响产量和质量。



1. 一种从柑橘皮中联合提取右旋柠烯、黄酮和果胶的方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 将新鲜的柑橘皮切碎后浸入 5-10 倍(质量比)的乙醇溶液中,常温下密闭浸提 1-8h;

(2) 将步骤(1)中的柑橘皮用辊式压榨机进行挤压破碎,需再反复压碎 1-2 次,分别收集碎皮渣和挤压液;

(3) 将步骤(2)所得碎皮渣投入自来水中漂洗,除去残留乙醇,用于制备果胶;

(4) 将步骤(2)所得挤压液进行减压蒸馏回收乙醇,所得残液静置 1-8h 后用碟式离心机进行分离,油相即为右旋柠烯粗品,水相用于制备黄酮;

(5) 将步骤(3)所得碎皮渣加入 5-10 倍(质量比)的自来水,用强酸调节 pH 至 2.0 左右,加热并保温提取果胶,过滤;

(6) 将步骤(5)所得滤液加入等体积乙醇溶液,经过滤、烘干、粉碎即得果胶;

(7) 将步骤(4)所得水相真空浓缩至原体积的 1/5-1/3,置 60℃恒温水浴蒸成浸膏,即得黄酮粗品。

2. 如权利要求 1 所述的从柑橘皮中联合提取右旋柠烯、黄酮和果胶的方法,其特征在于,步骤(1)和(6)中的乙醇溶液浓度 $\geq 95\%$ 。

3. 如权利要求 1 所述的从柑橘皮中联合提取右旋柠烯、黄酮和果胶的方法,其特征在于,步骤(4)中残液的乙醇浓度 $\leq 15\%$ 。

4. 如权利要求 1 所述的从柑橘皮中联合提取右旋柠烯、黄酮和果胶的方法,其特征在于,步骤(5)中强酸为硫酸、盐酸或硝酸。

5. 如权利要求 1 所述的从柑橘皮中联合提取右旋柠烯、黄酮和果胶的方法,其特征在于,步骤(5)中加热温度 90℃-98℃,保温时间 30min-60min。

一种从柑橘皮中联合提取右旋柠烯、黄酮和果胶的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种植物的加工方法,具体涉及一种从柑橘皮中提取右旋柠烯、黄酮和果胶的方法。

背景技术

[0002] 柑橘皮约占全果重的 20% 左右,且含有丰富的果胶、精油和黄酮等天然成分。我国每年产柑橘达 2000 万吨,其中大量柑橘果皮若得以综合利用,既能产生不菲的经济价值,又能避免造成环境污染。

[0003] 柑橘皮精油中大约有 52.2 ~ 96.2% 为右旋柠烯(D-limonene),它是一种重要的天然溶剂,不仅能有效地祛除各种油污,还能够替代如苯、甲苯等有毒工业溶剂,而且对细菌有出色的抑制作用,同时对人体无任何毒害,可广泛应用于日用化工、食品、药品等行业。

[0004] 柑橘黄酮具有显著生物活性,它们能清除活性氧自由基和防治老年疾病,且具有抗癌防癌和预防循环系统疾患等功能,在医药、食品和保健品领域中的应用前景广泛。

[0005] 果胶是天然高分子化合物,具有良好的胶凝和稳定作用,已广泛用于食品、医药、日化及纺织行业。同时,作为水溶性膳食纤维,它能够减少肠内的不良细菌数量而帮助有益细菌繁殖,具有肠道保健功能等。

[0006] 从橘皮中提取柠烯、黄酮和果胶的技术现状是:

[0007] 目前,已有针对柑橘皮中精油与果胶,或黄酮与果胶两种成分联合提取的相关工艺技术,例如:先从橘皮中榨取精油,再从渣中提取果胶;或者先从橘皮中萃取黄酮,再提取果胶。右旋柠烯则通过对柑橘汁加工后剩下的皮渣进行蒸馏而获得,其中的果胶会因高温而分解破坏,右旋柠烯中也会混入大量低沸点杂质。且上述方法均不能实现这三种成分的联合提取,存在柑橘皮利用效率较低,浪费自然资源等缺点。

发明内容

[0008] 本发明的目的是为了克服背景技术中存在的上述技术缺陷,提供一种柑橘黄酮、右旋柠烯和果胶的联合提取方法,该方法能够在果胶成分不遭破坏的前提下,实现黄酮和右旋柠烯共三种成分的提取分离,且互不影响产量和质量,实现资源充分利用,且更加绿色环保。

[0009] 为达上述目的,本发明是通过如下技术方案实现的:

[0010] 一种从柑橘皮中联合提取右旋柠烯、黄酮和果胶的方法,其特征在于,包括以下步骤:

[0011] (1) 将新鲜的柑橘皮切碎后浸入 5-10 倍(质量比)的乙醇溶液中,常温下密闭浸提 1-8h;

[0012] (2) 将步骤(1)中的柑橘皮用辊式压榨机进行挤压破碎,需再反复压碎 1-2 次,分别收集碎皮渣和挤压液;

[0013] (3) 将步骤(2)所得碎皮渣投入自来水中漂洗,除去残留乙醇,用于制备果胶;

[0014] (4) 将步骤(2)所得挤压液进行减压蒸馏回收乙醇,所得残液静置 1-8h 后用碟式离心机进行分离,油相即为右旋柠烯粗品,水相用于制备黄酮;

[0015] (5) 将步骤(3)所得碎皮渣加入 5-10 倍(质量比)的自来水,用强酸调节 pH 至 2.0 左右,加热并保温提取果胶,过滤;

[0016] (6) 将步骤(5)所得滤液加入等体积乙醇溶液,经过滤、烘干、粉碎即得果胶;

[0017] (7) 将步骤(4)所得水相真空浓缩至原体积的 1/5-1/3,置 60℃ 恒温水浴蒸成浸膏,即得黄酮粗品。

[0018] 步骤(1)和(6)中的乙醇溶液浓度 $\geq 95\%$ 。

[0019] 步骤(4)中残液的乙醇浓度 $\leq 15\%$ 。

[0020] 步骤(5)中强酸为硫酸、盐酸或硝酸。

[0021] 步骤(5)中加热温度 90℃ -98℃,保温时间 30min-60min。

[0022] 本发明与现有技术相比具有以下显著优点:

[0023] 1、本发明对柑橘皮中含量较高的果胶和经济价值较高的右旋柠烯及黄酮进行联合提取,与专一提取其中某一种成分的工艺相比,产量和质量均不受影响,实现了橘皮综合利用,提高了经济效益。

[0024] 2、本发明利用右旋柠烯可溶于乙醇而不溶于水,且沸点远高于乙醇的物理特性,通过乙醇浓度变化,实现右旋柠烯和黄酮提取液的两相分离,并且蒸馏挥发乙醇的同时还可以除掉低沸点杂质,使右旋柠烯纯度提高。

[0025] 3、本发明采用高浓度的乙醇做提取剂,不但可以提高黄酮和右旋柠烯的萃取效率,还使柑橘皮中的果胶发生可逆凝聚,从而被固定、封闭在柑橘皮纤维上,避免了压榨过程的损失,降低了果胶原有的粘性,使已溶解的柠烯和黄酮更加易于分离。

[0026] 4、本发明先从柑橘皮中萃取了黄酮、柠烯等色素成分,所得皮渣几乎不含其他有色杂质,提取的果胶色泽洁白,品质更佳,可以节省果胶漂洗工序,减少劳动力支出。

附图说明

[0027] 图 1 为柑橘皮联合提取右旋柠烯、黄酮和果胶工艺流程。

具体实施方式

[0028] 实施例 1

[0029] 称取新鲜的甜橙皮 100g,切成 0.5cm 宽的细条,加入 95% 乙醇溶液 1000ml,置于密封容器中浸泡 8h。用辊式压榨机进行 2 次压榨,分别收集碎皮渣和挤压液。

[0030] 将碎皮渣加 1000ml 自来水漂洗 3 次,沥干水分后再加 500ml 自来水,用 H_2SO_4 调 pH 至 2.0 左右,加热至 90℃ 保温 30min,过滤。滤液加等体积 95% 乙醇溶液,醇沉 1h,150 目过滤,45℃ 烘干,得果胶(成品) 5.6g。

[0031] 将挤压液滤去碎屑,用旋转蒸发仪在真空度 -0.06MPa,温度 65℃ 下浓缩至约 120ml,静置 2h 后用碟式离心机在 6000rpm 下分离,收集油相,得右旋柠烯(粗品) 1.1ml。

[0032] 将离心所得水相用旋转蒸发仪在真空度 -0.09MPa,温度 65℃ 下浓缩至 40ml,置于 60℃ 水浴蒸为浸膏,得黄酮(粗品) 1.8g。

[0033] 实施例 2

[0034] 称取新鲜的芦柑皮 100g, 切成 0.5cm 宽的细条, 加入 95% 乙醇溶液 1000ml, 置于密封容器中浸泡 8h。用辊式压榨机进行 2 次压榨, 分别收集碎皮渣和挤压液。

[0035] 将碎皮渣加 1000ml 自来水漂洗 3 次, 沥干水分后再加 500ml 自来水, 用 $H_2S_2O_4$ 调 pH 至 2.0 左右, 加热至 90℃ 保温 30min, 过滤。滤液加等体积 95% 乙醇溶液, 醇沉 1h, 150 目过滤, 45℃ 烘干, 得果胶(成品) 4.7g。

[0036] 将挤压液滤去碎屑, 用旋转蒸发仪在真空度 - 0.06MPa, 温度 65℃ 下浓缩至约 150ml, 静置 2h 后用碟式离心机在 6000rpm 下分离, 收集油相, 得右旋柠烯(粗品) 1.3ml。

[0037] 将离心所得水相用旋转蒸发仪在真空度 - 0.09MPa, 温度 65℃ 下浓缩至约 30ml, 置于 60℃ 水浴蒸成浸膏, 得黄酮(粗品) 1.2g。

[0038] 应当理解的是, 对本领域普通技术人员来说, 可以根据上述说明加以改进或变换, 而所有这些改进和变换都应属于本发明所附权利要求的保护范围。

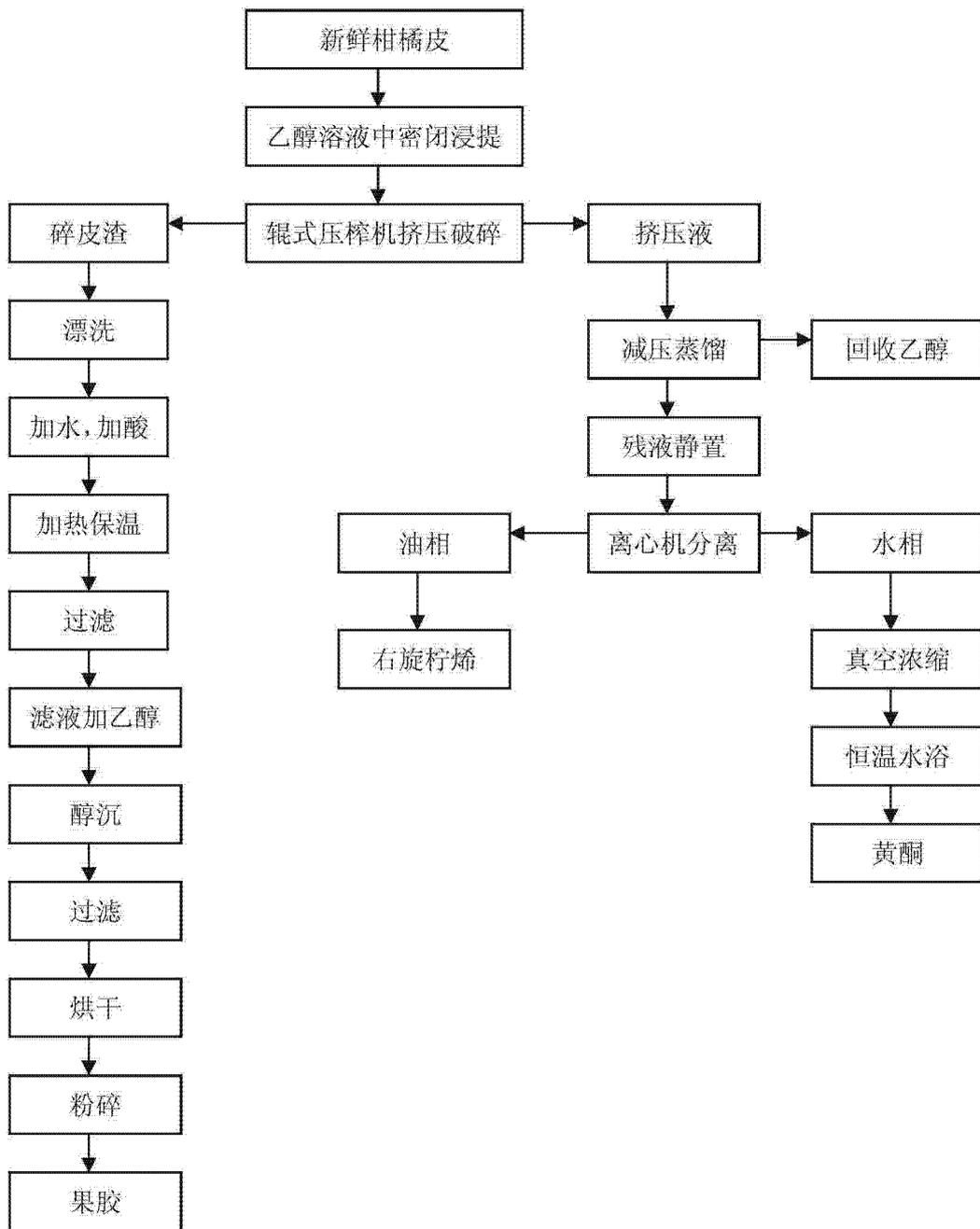


图 1