



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 112521771 B

(45) 授权公告日 2022. 07. 29

(21) 申请号 202011482730.1

(22) 申请日 2020.12.15

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 112521771 A

(43) 申请公布日 2021.03.19

(73) 专利权人 河北东之星生物科技股份有限公司

地址 056700 河北省邯郸市成安县工业区
邯大路2号

(72) 发明人 田瑞玲 何志芳 王雪松 顾民

(74) 专利代理机构 石家庄中和昇知识产权代理
事务所(特殊普通合伙)
13145

专利代理师 付会平

(51) Int. Cl.

C09B 61/00 (2006.01)

C09B 67/54 (2006.01)

审查员 刘鑫

权利要求书1页 说明书6页

(54) 发明名称

一种红辣素的提纯工艺

(57) 摘要

本发明公开了一种红辣素的提纯工艺,包括如下步骤:A.多次萃取,将辣椒颗粒与萃取剂的料液混合物转入萃取设备中,进行多次萃取,得到多个萃取液;B.初级浓缩,将步骤A中的多个萃取液混合后转入浓缩设备中,升温后进行初级浓缩,至无液滴流出后,得到浓缩液;C.二级浓缩,将浓缩设备中的浓缩液继续升温,进行二级浓缩至恒重后,得到红辣素成品。本发明工艺简单,降低了红辣素成品中沉淀物和丙酮不溶物的含量的同时,降低了生产成本,利于实现工业化生产。

1. 一种红辣素的提纯工艺,其特征在于,该工艺包括如下步骤:

A. 多次萃取,将辣椒颗粒与萃取剂的料液混合物转入萃取设备中,进行多次萃取,得到多个萃取液;

B. 初级浓缩,将步骤A中的多个萃取液混合后转入浓缩设备中,升温后进行初级浓缩,至无液滴流出后,得到浓缩液;

C. 二级浓缩,将浓缩设备中的浓缩液继续升温,进行二级浓缩至恒重后,得到红辣素成品;

所述步骤A中所述辣椒颗粒与萃取剂的料液体积比为1:2~1:5;所述萃取剂为异丙醚与丙酮的混合液,其中异丙醚与丙酮的比例为3:1~5:1;所述步骤A中萃取设备为具有加热功能的真空反应釜,且萃取过程在避光条件下进行,温度为42~50℃,萃取时间25~75min。

2. 根据权利要求1所述的一种红辣素的提纯工艺,其特征在于,所述真空反应釜的加热方式采用蒸汽加热、水加热或导热油加热的其中一种。

3. 根据权利要求1所述的一种红辣素的提纯工艺,其特征在于,所述浓缩设备为旋转蒸发器。

4. 根据权利要求1所述的一种红辣素的提纯工艺,其特征在于,步骤B中所述初级浓缩温度为40~55℃,真空度为0.06~0.085MPa。

5. 根据权利要求1所述的一种红辣素的提纯工艺,其特征在于,步骤C中所述二级浓缩温度为45~65℃,真空度为0.06~0.09MPa。

6. 根据权利要求1~5任一项所述的一种红辣素的提纯工艺,其特征在于,步骤C中得到的红辣素成品中沉淀物含量≤5%,丙酮不溶物含量≤4%,总色价得率≥95%。

一种红辣素的提纯工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及辣椒深加工技术领域,具体为一种红辣素的提纯工艺。

背景技术

[0002] 辣椒粗提物通常称红辣素,包括辣椒红色素和辣椒素,它们均存在于成熟的红辣椒果实中。辣椒红色素是一种具有多种功能的天然着色剂,在食品工业应用广泛,可用于水产品、肉类、糕点、色拉、罐头、饮料等各类食品的着色辣椒素是普遍使用的辣味剂。辣椒素也具有保健和医疗作用,二者目前在国内已形成产业。

[0003] 红辣素主要是采用单一或混合溶剂进行提取,经减压浓缩脱除溶剂,制得红辣素成品,再将红辣素成品脱去辣椒素后制得辣椒红色素。例如,中国专利2006100409076公开了一种辣椒红色素和辣椒素的提取工艺,是采用乙醇和正己烷的混合液对辣椒颗粒进行浸泡后过滤指的滤液,然后将滤液静置分层分离,再将正己烷与辣椒红色素的混合液经过乙醇提纯制得红辣素后,通气脱味后得到辣椒红色;中国在先申请2014104361721公开的一种辣椒红色素的水乳化提取及溶剂提纯工艺,实在表面活性剂作用下将水与干红辣椒果皮的混合物加热搅拌使辣椒红色浸出,然后在分离的提取液中加入硫酸铵得到辣椒红色素粗产品(即红辣素),最后用丙酮溶解、过滤、干燥后得到辣椒红色素。

[0004] 上述传统的辣椒红色素提取工艺中制备的红辣素中沉淀物和丙酮不溶物的含量较高,质量较差,因为红辣素在提取前存在于辣椒果皮完整的细胞组织中,在提取过程中构成细胞组织的其他成分也随红辣素进入溶剂中,如果胶、多聚糖、皂苷、纤维素等植物类多糖以及磷脂类、游离脂肪酸、蜡质等植物类油脂,造成最终的成品红辣素久置会出现沉淀和分层,不仅使用受到限制,还对感官印象和理化指标产生较大影响,严重限制了红辣素成品的应用,并大大削弱其在国际市场的竞争力。而且,现有技术工序复杂,成本较高,实现工业化投资较大。

发明内容

[0005] 本发明需要解决的技术问题是提供一种红辣素的提纯工艺,以降低红辣素中沉淀物和丙酮不溶物的含量,并降低生产升本,易于实现大规模连续化工业生产。

[0006] 为实现以上目的,本发明通过以下技术方案予以实现:一种红辣素的提纯工艺,该工艺包括如下步骤:

[0007] A. 多次萃取,将辣椒颗粒与萃取剂的料液混合物转入萃取设备中,进行多次萃取,得到多个萃取液;

[0008] B. 初级浓缩,将步骤A中的多个萃取液混合后转入浓缩设备中,升温后进行初级浓缩,至无液滴流出后,得到浓缩液;

[0009] C. 二级浓缩,将浓缩设备中的浓缩液继续升温,进行二级浓缩至恒重后,得到红辣素成品。

[0010] 本发明的进一步改进在于,步骤A中所述辣椒颗粒与萃取剂的料液体积比为1:2~

1:5。

[0011] 本发明的进一步改进在于,所述萃取剂为异丙醚或异丙醚与丙酮的混合液,其中异丙醚与丙酮的比例为3:1~5:1。

[0012] 本发明的进一步改进在于,所述步骤A中萃取设备为具有加热功能的真空反应釜,且萃取过程在避光条件下进行,温度为42~50℃,萃取时间25~75min。

[0013] 本发明的进一步改进在于,所述真空反应釜的加热方式采用蒸汽加热、水加热或导热油加热的其中一种。

[0014] 本发明的进一步改进在于,所述浓缩设备为旋转蒸发器。

[0015] 本发明的进一步改进在于,步骤B中所述初级浓缩温度为40~55℃,真空度为0.06~0.085MPa。

[0016] 本发明的进一步改进在于,步骤C中所述二级浓缩温度为45~65℃,真空度为0.06~0.09MPa。

[0017] 本发明的进一步改进在于,步骤C中得到的红辣素成品中沉淀物含量≤5%,丙酮不溶物含量≤4%,总色价得率≥95%。

[0018] 由于采用了以上技术方案,本发明所取得技术进步如下。

[0019] 本发明在萃取过程中采用异丙醚与丙酮的混合液作为萃取剂,对辣椒颗粒与萃取剂的料液混合物经过多次萃取,并将多次萃取液合并后浓缩至恒重,且浓缩过程分两步进行,第一步初级浓缩结合第二步二级浓缩,可制得高品质的红辣素,可使的产物中沉淀物含量≤5%,丙酮不溶物含量≤4%,总色价得率≥95%,大大提高了红辣素成品质量和得率;并且,本发明工艺简单、操作方便,有效降低了生产成本,且处理能力大,易于实现大规模连续化工业生产。

具体实施方式

[0020] 下面将结合本发明实施例,对本发明的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,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。

[0021] 一种红辣素的提纯工艺,该工艺包括如下步骤:

[0022] A. 多次萃取,将辣椒颗粒与萃取剂按体积比为1:2~1:5混合,得到料液混合物,其中萃取剂为异丙醚与丙酮按3:1~5:1质量比例制成的混合液。将料液混合物转入真空反应釜中搅拌均匀,升温至45℃并保持后进行萃取,萃取次数3次,得3次萃取液,其中第1次萃取时间为60min,第2次萃取时间为40min,第3次萃取时间为30min;

[0023] B. 初级浓缩,将步骤A中的3次萃取液混合后转入旋转蒸发器中,进行初级浓缩,浓缩温度为45℃,真空度0.007MPa,至无液滴流出后,得到浓缩液;

[0024] C. 二级浓缩,将旋转蒸发器中的浓缩液继续升温至60℃并保持,真空度0.08MPa,进行二级浓缩至恒重后,得到红辣素成品。

[0025] 实施例1

[0026] A. 多次萃取,取色价为11.42的辣椒颗粒1000g,并按照料液体积比1:4与萃取剂混合,得到料液混合物,其中萃取剂为异丙醚与丙酮按3:1质量比例制成的混合液。将料液混

合物转入真空反应釜中搅拌均匀,升温至45℃并保持后进行萃取,萃取次数3次,得3次萃取液,其中第1次萃取时间为60min,第2次萃取时间为40min,第3次萃取时间为30min。

[0027] B.初级浓缩,将步骤A中的3次萃取液混合后转入旋转蒸发器中,进行初级浓缩,浓缩温度为45℃,真空度0.007MPa,至无液滴流出后,得到浓缩液。

[0028] C.二级浓缩,将旋转蒸发器中的浓缩液继续升温至60℃并保持,真空度0.08MPa,进行二级浓缩至恒重后,得到红辣素成品。

[0029] 所得红辣素色价137.35;质量为79.24g,其中沉淀物含量5.13%,丙酮不溶物含量3.45%,总色价得率为95.3%。

[0030] 实施例2

[0031] A.多次萃取,取色价为11.42的辣椒颗粒1000g,并按照料液体积比1:4与萃取剂混合,得到料液混合物,其中萃取剂为异丙醚与丙酮按4:1质量比例制成的混合液。将料液混合物转入真空反应釜中搅拌均匀,升温至45℃并保持后进行萃取,萃取次数3次,得3次萃取液,其中第1次萃取时间为60min,第2次萃取时间为40min,第3次萃取时间为30min。

[0032] B.初级浓缩,将步骤A中的3次萃取液混合后转入旋转蒸发器中,进行初级浓缩,浓缩温度为45℃,真空度0.007MPa,至无液滴流出后,得到浓缩液。

[0033] C.二级浓缩,将旋转蒸发器中的浓缩液继续升温至60℃并保持,真空度0.08MPa,进行二级浓缩至恒重后,得到红辣素成品。

[0034] 所得红辣素色价136.67;质量为79.84g,其中沉淀物含量4.92%,丙酮不溶物含量3.75%,总色价得率为95.55%。

[0035] 实施例3

[0036] A.多次萃取,取色价为11.42的辣椒颗粒1000g,并按照料液体积比1:4与萃取剂混合,得到料液混合物,其中萃取剂为异丙醚与丙酮按4:1质量比例制成的混合液。将料液混合物转入真空反应釜中搅拌均匀,升温至45℃并保持后进行萃取,萃取次数3次,得3次萃取液,其中第1次萃取时间为60min,第2次萃取时间为40min,第3次萃取时间为30min。

[0037] B.初级浓缩,将步骤A中的3次萃取液混合后转入旋转蒸发器中,进行初级浓缩,浓缩温度为45℃,真空度0.007MPa,至无液滴流出后,得到浓缩液。

[0038] C.二级浓缩,将旋转蒸发器中的浓缩液继续升温至60℃并保持,真空度0.08MPa,进行二级浓缩至恒重后,得到红辣素成品。

[0039] 所得红辣素色价137.48;质量为79.13g,其中沉淀物含量4.98%,丙酮不溶物含量3.81%,总色价得率为95.26%。

[0040] 实施例4

[0041] A.多次萃取,取色价为11.42的辣椒颗粒1000g,并按照料液体积比1:3与萃取剂混合,得到料液混合物,其中萃取剂为异丙醚与丙酮按4:1质量比例制成的混合液。将料液混合物转入真空反应釜中搅拌均匀,升温至45℃并保持后进行萃取,萃取次数3次,得3次萃取液,其中第1次萃取时间为60min,第2次萃取时间为40min,第3次萃取时间为30min。

[0042] B.初级浓缩,将步骤A中的3次萃取液混合后转入旋转蒸发器中,进行初级浓缩,浓缩温度为45℃,真空度0.007MPa,至无液滴流出后,得到浓缩液。

[0043] C.二级浓缩,将旋转蒸发器中的浓缩液继续升温至60℃并保持,真空度0.08MPa,进行二级浓缩至恒重后,得到红辣素成品。

[0044] 所得红辣素色价138.01;质量为78.67g,其中沉淀物含量4.83%,丙酮不溶物含量3.86%,总色价得率为95.07%。

[0045] 实施例5

[0046] A.多次萃取,取色价为11.42的辣椒颗粒1000g,并按照料液体积比1:3与萃取剂混合,得到料液混合物,其中萃取剂为异丙醚与丙酮按5:1质量比例制成的混合液。将料液混合物转入真空反应釜中搅拌均匀,升温至45℃并保持后进行萃取,萃取次数3次,得3次萃取液,其中第1次萃取时间为60min,第2次萃取时间为40min,第3次萃取时间为30min。

[0047] B.初级浓缩,将步骤A中的3次萃取液混合后转入旋转蒸发器中,进行初级浓缩,浓缩温度为45℃,真空度0.007MPa,至无液滴流出后,得到浓缩液。

[0048] C.二级浓缩,将旋转蒸发器中的浓缩液继续升温至60℃并保持,真空度0.08MPa,进行二级浓缩至恒重后,得到红辣素成品。

[0049] 所得红辣素色价138.88;质量为78.14g,其中沉淀物含量5.41%,丙酮不溶物含量3.9%,总色价得率为95.03%。

[0050] 对比例1

[0051] A.多次萃取,取色价为11.42的辣椒颗粒1000g,并按照料液体积比1:4与萃取剂混合,得到料液混合物,其中萃取剂为异丙醚。将料液混合物转入真空反应釜中搅拌均匀,升温至45℃并保持后进行萃取,萃取次数3次,得3次萃取液,其中第1次萃取时间为60min,第2次萃取时间为40min,第3次萃取时间为30min。

[0052] B.初级浓缩,将步骤A中的3次萃取液混合后转入旋转蒸发器中,进行初级浓缩,浓缩温度为45℃,真空度0.007MPa,至无液滴流出后,得到浓缩液。

[0053] C.二级浓缩,将旋转蒸发器中的浓缩液继续升温至60℃并保持,真空度0.08MPa,进行二级浓缩至恒重后,得到红辣素成品。

[0054] 所得红辣素色价135.65;质量为79.32g,其中沉淀物含量6.83%,丙酮不溶物含量4.19%,总色价得率为94.22%。

[0055] 对比例2

[0056] A.多次萃取,取色价为11.42的辣椒颗粒1000g,并按照料液体积比1:4与萃取剂混合,得到料液混合物,其中萃取剂为异丙醚:60%正己烷:丙酮按2:2:1比例制成的混合液。将料液混合物转入真空反应釜中搅拌均匀,升温至45℃并保持后进行萃取,萃取次数3次,得3次萃取液,其中第1次萃取时间为60min,第2次萃取时间为40min,第3次萃取时间为30min。

[0057] B.初级浓缩,将步骤A中的3次萃取液混合后转入旋转蒸发器中,进行初级浓缩,浓缩温度为45℃,真空度0.007MPa,至无液滴流出后,得到浓缩液。

[0058] C.二级浓缩,将旋转蒸发器中的浓缩液继续升温至60℃并保持,真空度0.08MPa,进行二级浓缩至恒重后,得到红辣素成品。

[0059] 所得红辣素色价134.02;质量为79.46g,其中沉淀物含量5.54%,丙酮不溶物含量4.55%,总色价得率为93.25%。

[0060] 对比例3

[0061] A.多次萃取,取色价为11.42的辣椒颗粒1000g,并按照料液体积比1:4与萃取剂混合,得到料液混合物,其中萃取剂为异丙醚:60%正己烷按1:1比例制成的混合液。将料液混

合物转入真空反应釜中搅拌均匀,升温至45℃并保持后进行萃取,萃取次数3次,得3次萃取液,其中第1次萃取时间为60min,第2次萃取时间为40min,第3次萃取时间为30min。

[0062] B. 初级浓缩,将步骤A中的3次萃取液混合后转入旋转蒸发器中,进行初级浓缩,浓缩温度为45℃,真空度0.007MPa,至无液滴流出后,得到浓缩液。

[0063] C. 二级浓缩,将旋转蒸发器中的浓缩液继续升温至60℃并保持,真空度0.08MPa,进行二级浓缩至恒重后,得到红辣素成品。

[0064] 所得红辣素色价137.56;质量为75.86g,其中沉淀物含量10.96%,丙酮不溶物含量5.09%,总色价得率为91.38%。

[0065] 对比例4

[0066] A. 多次萃取,取色价为11.42的辣椒颗粒1000g,并按照料液体积比1:4与萃取剂混合,得到料液混合物,其中萃取剂为60%正己烷。将料液混合物转入真空反应釜中搅拌均匀,升温至45℃并保持后进行萃取,萃取次数3次,得3次萃取液,其中第1次萃取时间为60min,第2次萃取时间为40min,第3次萃取时间为30min。

[0067] B. 初级浓缩,将步骤A中的3次萃取液混合后转入旋转蒸发器中,进行初级浓缩,浓缩温度为45℃,真空度0.007MPa,至无液滴流出后,得到浓缩液。

[0068] C. 二级浓缩,将旋转蒸发器中的浓缩液继续升温至60℃并保持,真空度0.08MPa,进行二级浓缩至恒重后,得到红辣素成品。

[0069] 所得红辣素色价133.93;质量为79.82g,其中沉淀物含量10.8%,丙酮不溶物含量7.98%,总色价得率为93.61%。

[0070] 对比例5

[0071] A. 多次萃取,取色价为11.42的辣椒颗粒1000g,并按照料液体积比1:4与萃取剂混合,得到料液混合物,其中萃取剂为60%正己烷:丙酮按9:1比例制成的混合液。将料液混合物转入真空反应釜中搅拌均匀,升温至45℃并保持后进行萃取,萃取次数3次,得3次萃取液,其中第1次萃取时间为60min,第2次萃取时间为40min,第3次萃取时间为30min。

[0072] B. 初级浓缩,将步骤A中的3次萃取液混合后转入旋转蒸发器中,进行初级浓缩,浓缩温度为45℃,真空度0.007MPa,至无液滴流出后,得到浓缩液。

[0073] C. 二级浓缩,将旋转蒸发器中的浓缩液继续升温至60℃并保持,真空度0.08MPa,进行二级浓缩至恒重后,得到红辣素成品。

[0074] 所得红辣素色价133.37;质量为80.12g,其中沉淀物含量8.53%,丙酮不溶物含量7.13%,总色价得率为93.57%。

[0075] 以上实施例、对比例的各项检测结果如下表所示:

项目	萃取剂（各组分比例）	单位 色价	重量 g	沉淀物 含量%	丙酮不容物 含量%	总色价 得率%
实施例 1	异丙醚:丙酮=3:1	137.35	79.24	5.13	3.45	95.3
实施例 2	异丙醚:丙酮=4:1	136.67	79.84	4.92	3.75	95.55
实施例 3	异丙醚:丙酮=4:1	137.48	79.13	4.98	3.81	95.26
实施例 4	异丙醚:丙酮=4:1	138.01	78.67	4.83	3.86	95.07
[0076] 实施例 5	异丙醚:丙酮=5:1	138.88	78.14	5.41	3.9	95.03
对比例 1	异丙醚	135.65	79.32	6.83	4.19	94.22
对比例 2	异丙醚:60%正己烷:丙酮 =2:2:1	134.02	79.46	5.54	4.55	93.25
对比例 3	异丙醚:60%正己烷=1:1	137.56	75.86	10.96	5.09	91.38
对比例 4	60%正己烷	133.93	79.82	10.8	7.98	93.61
对比例 5	60%正己烷:丙酮=9:1	133.37	80.12	8.53	7.13	93.57

[0077] 综上所述,本发明提供的红辣素提纯工艺中萃取剂选用异丙醚:丙酮=4:1比例制备的混合液,无论从红辣素含量得率还是衡量产品的理化指标方面都是最优方案,解决了传统的辣椒红色素提取工艺中制备的红辣素中沉淀物和丙酮不溶物的含量较高,质量较差的问题。本发明提供的红辣素提纯工艺,可使红辣素产物中沉淀物含量 $\leq 5\%$,丙酮不溶物含量 $\leq 4\%$,总色价得率 $\geq 95\%$,大大提高了红辣素成品质量和得率。本发明工艺简单、操作方便,有效降低了生产成本,且处理能力强,易于实现大规模连续化工业生产。

[0078] 以上实施例仅用以说明本发明的技术方案,而非对其限制;尽管参照前述实施例对本发明进行了详细的说明,本领域的普通技术人员应当理解:其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分技术特征进行等同替换;而这些修改或者替换,并不使相应技术方案的本质脱离本发明各实施例技术方案的精神和范围,均应包含在本发明的保护范围之内。