



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 104026538 B

(45) 授权公告日 2016. 02. 24

(21) 申请号 201410208223. 7

(22) 申请日 2014. 05. 19

(73) 专利权人 郑州雪麦龙食品香料有限公司

地址 451162 河南省郑州市新郑薛店食品工业园枣园路 001 号

(72) 发明人 邓德伟

(74) 专利代理机构 郑州红元帅专利代理事务所
(普通合伙) 41117

代理人 季发军

(51) Int. Cl.

A23L 27/10(2016. 01)

(56) 对比文件

- CN 101756145 A, 2010. 06. 30,
- CN 103396885 A, 2013. 11. 20,
- CN 102061130 A, 2011. 05. 18,
- CN 102058081 A, 2011. 05. 18,
- CN 101693854 A, 2010. 04. 14,
- CN 102077968 A, 2011. 06. 01,
- CN 102058082 A, 2011. 05. 18,
- CN 101946886 A, 2011. 01. 19,
- CN 1806672 A, 2006. 07. 26,
- CN 1568786 A, 2005. 01. 26,

CN 1488289 A, 2004. 04. 14,

刘芳等. 三种花椒籽油提取方法的分析与比较. 《中成药》. 2005, (第 04 期),

孙晓明等. 超临界 CO₂ 萃取技术应用于花椒油树脂分离工艺的研究. 《中国野生植物资源》. 2003, (第 05 期),

高逢敬等. 花椒香气成分提取方法的研究现状. 《四川食品与发酵》. 2006, (第 04 期),

马传国等. 分子蒸馏对高酸值花椒籽油脱酸的初步探讨. 《中国油脂》. 2001, (第 03 期),

审查员 颜小平

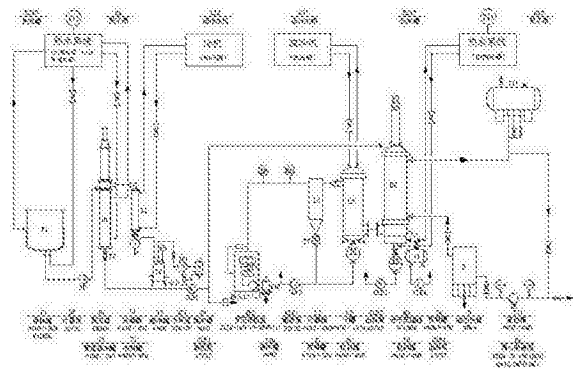
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

一种高纯度花椒麻素的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种高纯度花椒麻素的制备方法, 所述制备方法是将超临界二氧化碳萃取技术和分子蒸馏技术相结合, 以超临界萃取出的花椒油树脂为原料, 经过原料预处理、蒸发、分子蒸馏, 制得花椒麻素, 该制备方法原料利用率高, 所得花椒麻素产品中花椒麻素含量在 720mg/g~850mg/g, 产品纯度高。



CN 104026538 B

1. 一种高纯度花椒麻素的制备方法,其特征在于:所述制备方法是将超临界二氧化碳萃取技术和分子蒸馏技术相结合,制备花椒麻素,所述制备方法具体如下:

①原料预处理:以超临界萃取出的花椒油树脂为原料,加热至无不溶性固体颗粒;

②蒸发:经预处理后的花椒油树脂,按一定的进料速度进入蒸发器中,经料液分布器将其连续均匀地分布在加热面上,随即刮膜器将料液刮膜成液膜,在设定的真空度下,分离出轻组分和重组分;所述进料流速为 80-100ml/h,加热面温度为 80-95℃,刮膜器频率为 50Hz,液膜厚度为 0.01-0.02cm,所述真空度为 40-50Pa;

③分子蒸馏:蒸发分离出的重组分进入分子蒸馏设备,按一定的进料速度进入分子蒸馏柱,经料液分布器将其连续均匀地分布在加热面上,随即刮膜器将料液刮膜成液膜,在一定的真空度下,分离出轻组分和重组分,轻组分为花椒芳香油,重组分为花椒麻素产品,所述分子蒸馏中,所述进料流速为 50-60ml/h,加热面温度为 70-80℃,刮膜器转速为频率为 50Hz,液膜厚度为 0.01-0.02cm,所述真空度为 40-50Pa。

2. 如权利要求 1 所述的高纯度花椒麻素的制备方法,其特征在于:所述超临界萃取以红花椒为原料,萃取过程中萃取压力 5~6.5MPa、萃取温度 20~30℃,加压泵频率 15Hz。

3. 如权利要求 1 所述的高纯度花椒麻素的制备方法,其特征在于:所述原料预处理步骤中,加热温度为 60~70℃,加热时间 10~15min。

4. 如权利要求 1 所述的高纯度花椒麻素的制备方法,其特征在于:所述花椒油树脂成分包括花椒芳香油、芳樟醇、柠檬烯、花椒酰胺类物质。

5. 如权利要求 1 所述的高纯度花椒麻素的制备方法,其特征在于:所述分子蒸馏技术的系统构成包括冷却系统、真空系统、热水系统、热油系统、物料系统。

一种高纯度花椒麻素的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于花椒麻素提取技术领域,具体涉及一种高纯度花椒麻素的制备方法。

背景技术

[0002] 花椒是我国传统的调味料,在使用花椒时主要使用的花椒里面含有的花椒麻味物质即花椒麻素。目前,国内外花椒资源丰富而加工利用技术缺乏,在日常使用中一般采用油浸的方法提取花椒麻素,此种方法花椒麻素含量较低,一般为 3~5mg/g,原料花椒的利用率低下,浪费严重。也有研究利用超临界二氧化碳萃取和分离花椒麻素,如申请号为 200910263947.0 的专利公开了一种从花椒中提取花椒精油和花椒麻素的方法,该方法采用将花椒破碎、压片、超临界萃取釜萃取、脱水,制得花椒麻素和花椒精油,该方法制得的花椒麻素纯度低,纯度一般仅达到 15%~25%,无法满足化妆品及药物领域的应用要求。

[0003] 目前,市场上没有花椒麻素的标准品,而关于花椒麻素的制备方法研究很少。申请号为 201210309645.4 的专利公开了一种高纯度花椒麻素的制备方法,该方法为了免去各种层析柱的使用,以花椒油树脂为原料,加入极性溶剂萃取制得固形物,再加正己烷萃取,再利用正己烷洗涤,制得花椒麻素晶体,该方法称花椒麻素的纯度可达 90% 以上,但是该方法操作繁琐,对原料花椒油树脂的纯度要求较高,且原料的成分要求未知,操作过程仍有一定的技术难度,需待进一步研究;且溶剂萃取使成品易有溶剂残留,存在安全隐患。

[0004] 目前,有一些研究将超临界萃取和分子蒸馏相结合的制备方法,其主要用于挥发性成分如精油的研究,而对呈味物质提纯研究基本没有。

发明内容

[0005] 本发明是为了弥补现有技术的上述不足,提供一种高纯度花椒麻素的制备方法,该制备方法原料利用率高,产品纯度高。

[0006] 一种高纯度花椒麻素的制备方法,所述制备方法是将超临界二氧化碳萃取技术和分子蒸馏技术相结合,制备花椒麻素,所述制备方法具体如下:

[0007] ①原料预处理:以超临界萃取出花椒油树脂为原料,加热至无不溶性固体颗粒。

[0008] ②蒸发:经预处理后的花椒油树脂按一定的进料速度进入蒸发器中,经料液分布器将其连续均匀地分布在加热面上,随即刮膜器将料液刮膜成液膜,在一定的真空度下,分离出轻组分和重组分;

[0009] ③分子蒸馏:蒸发分离出的重组分进入分子蒸馏设备,按一定的进料速度进入分子蒸馏柱,经料液分布器将其连续均匀地分布在加热面上,随即刮膜器将料液刮膜成液膜,在一定的真空度下,分离出轻组分和重组分,轻组分为花椒芳香油,重组分为花椒麻素产品。

[0010] 所述超临界萃取以红花椒为原料,萃取过程中萃取压力 5~6.5MPa、萃取温度 20~30℃,加压泵频率 15HZ。

[0011] 所述原料预处理中,加热温度为 60~70℃,加热时间 10~15min。

[0012] 所述蒸发中,所述进料流速为 80-100ml/h,加热面温度为 80-95℃,刮膜器频率为 50HZ,液膜厚度为 0.01-0.02cm,所述真空度为 40-50Pa。

[0013] 所述分子蒸馏中,所述进料流速为 50-60ml/h,加热面温度为 70-80℃,刮膜器转速为频率为 50HZ,液膜厚度为 0.01-0.02cm,所述真空度为 40-50Pa。

[0014] 所述花椒油树脂成分包括花椒芳香油、芳樟醇、柠檬烯、花椒酰胺类物质。

[0015] 所述分子蒸馏技术的系统构成包括冷却系统、真空系统、热水系统、热油系统、物料系统。

[0016] 下面结合有益效果对本发明作进一步说明:

[0017] (1) 本发明为得到花椒麻素,分子蒸馏的原料采用花椒油树脂,减小了分子蒸馏的工艺操作技术难度和繁琐程度。

[0018] (2) 本发明为得到花椒油树脂,以红花椒为原料,采用超临界萃取,而不是直接利用超临界萃取制备花椒麻素,降低了超临界萃取的工艺操作技术难度,避免了超临界萃取制备花椒麻素的纯度低、工艺繁琐等缺点;萃取过程中萃取压力 5~6.5MPa、萃取温度 20~30℃,加压泵频率 15HZ,即可充分萃取出红花椒中的花椒油树脂。

[0019] (3) 本发明采用将花椒原料利用超临界二氧化碳萃取技术,萃取出花椒油树脂再采用分子蒸馏技术分离,两种工艺相结合,避免了溶剂残留,降低了生产的技术标准;两种工艺结合用于呈味物质,为花椒麻素的制备提供了一种新的方法。

[0020] (4) 本发明加热温度为 60~70℃,加热时间 10~15min,既不破坏原料中的有效成分,又增加原料的流动性,便于进料,使蒸发过程中进料流速达到 80-100ml/h,又控制加热面温度为 80-95℃,刮膜器频率为 50HZ,液膜厚度为 0.01-0.02cm,真空度为 40-50Pa,使得轻重组分充分分离,减少了花椒麻素进入轻组分而损失的量。

[0021] (5) 分子蒸馏中,工艺参数分别控制在:进料流速为 50-60ml/h,加热面温度为 70-80℃,刮膜器转速为频率为 50HZ,液膜厚度为 0.01-0.02cm,真空度为 40-50Pa,将花椒芳香油与花椒麻素充分分离,使花椒麻素产品中花椒麻素含量在 720mg/g~850mg/g,产品纯度高。

附图说明

[0022] 图 1 为本发明的分子蒸馏工艺流程图。

具体实施方式

[0023] 本发明高纯度花椒麻素的制备方法,具体如下:

[0024] ①原料预处理:以超临界萃取出的花椒油树脂为原料,加热至无不溶性固体颗粒,所述加热温度为 60~70℃,加热时间 10~15min;所述花椒油树脂成分包括花椒芳香油、芳樟醇、柠檬烯、花椒酰胺类物质;

[0025] ②蒸发:花椒油树脂按 80-100ml/h 的进料速度进入蒸发器 H1 中,经料液分布器将其连续均匀地分布在加热面上,随即刮膜器将料液刮膜成液膜,加热面温度为 80-95℃,刮膜器频率为 50HZ,液膜厚度为 0.01-0.02cm,然后在 40-50Pa 的真空度下,分离出轻组分和重组分;

[0026] ③分子蒸馏:蒸发分离出的重组分进入分子蒸馏设备,按 50-60ml/h 的进料速度

进入分子蒸馏柱,经料液分布器将其连续均匀地分布在加热面上,随即刮膜器将料液刮膜成液膜,所述加热面温度为 70-80℃,刮膜器转速为频率为 50HZ,液膜厚度为 0.01-0.02cm,然后在 40-50Pa 的真空度下,分离出轻组分和重组分,轻组分为花椒芳香油,重组分为花椒麻素产品;

[0027] 所述超临界萃取以红花椒为原料,萃取过程中萃取压力 5~6.5MPa、萃取温度 20~30℃,加压泵频率 15HZ。

[0028] 所述分子蒸馏技术的系统构成包括冷却系统、真空系统、热水系统、热油系统、物料系统。

[0029] 所述分子蒸馏技术的系统具体操作如下:

[0030] (一)、启动前准备

[0031] 1、冷却系统

[0032] (1) 检查冷冻机、自来水和冷冻循环管路是否通畅。

[0033] (2) 启动冷冻机,根据要求开通 L1、L2 循环冷冻水路。

[0034] 2、真空系统

[0035] (1) 启动 H1、H2 系统水循环真空泵和罗茨真空泵机组,并打开各级系统管路阀门,观察各级系统真空度。

[0036] 3、热水系统

[0037] (1) 热水箱加满水后,打开管路的进、回水阀门,启动循环泵,并注意回水,保持液面平整。

[0038] (2) 加温采用电加热形式,水温由仪表控制。

[0039] 4、热油系统

[0040] (1) 打开加热开关

[0041] (2) 设定 H2 温度值

[0042] (3) 启动 H2 热油泵

[0043] (二)、操作规程

[0044] 待系统各参数达到工艺要求时,可按照本操作规程投料,即启动物料运行系统。

[0045] (1) 将超临界萃取出的花椒油树脂加热至无不溶性固体颗粒时加入原料罐 T1。

[0046] (2) 打开原料罐 T1 的物料管路阀门。

[0047] (3) 启动输送泵 JP 并适当调整进料量、开启 H1 刮膜、观察 H1 下料口缓冲罐,当物料留到视镜观察口时,才启动物料输送泵 CLP1 和启动 H2 蒸发器刮膜。

[0048] (4) 物料在 H2 蒸发器中蒸馏分成两个部分,较轻组分受热蒸发冷凝后收集于贮罐 T5 中,重组分沿加热面流下收集于贮罐 T4 中。

[0049] (5) 本装置共有五个下料口:H1 冷凝器 L1 下贮罐 T3, H2 下贮料罐 T4、T5 两个出料口和 H2 冷凝器 L2、L3 下贮罐 T6、T7 的两个出料口。

[0050] 五个贮罐(T3、T4、T5、T6、T7)出料口均为间歇出料:当物料已满于储料罐的视镜观察口时,关闭储料罐上的进料阀门,确认真空平衡管阀已关闭后,打开放空阀、开启出料泵出料。放料完毕后,关闭出料阀及放空阀和出料泵,缓慢打开真空平衡管阀,待真空度恢复并稳定后,关闭真空平衡管阀,缓慢打开贮料罐上的进料阀继续收集物料。

[0051] 重复以上操作,直到蒸馏分离完成。

[0052] 实施例一

[0053] 本发明高纯度花椒麻素的制备方法,具体如下:

[0054] ①原料预处理:以超临界萃取出的花椒油树脂为原料,加热至无不溶性固体颗粒,所述加热温度为60℃,加热时间15min;所述超临界萃取以红花椒为原料,萃取过程中萃取压力5MPa、萃取温度30℃,加压泵频率15HZ;所述花椒油树脂成分包括花椒芳香油、芳樟醇、柠檬烯、花椒酰胺类物质;

[0055] ②蒸发:花椒油树脂按80ml/h的进料速度进入蒸发器中,经料液分布器将其连续均匀地分布在加热面上,随即刮膜器将料液刮膜成液膜,加热面温度为80℃,刮膜器频率为50HZ,液膜厚度为0.01cm,然后在50Pa的真空度下,分离出轻组分和重组分,所述轻组分为28%质量百分含量的花椒芳香油,重组分为72%质量百分含量花椒麻素和花椒芳香油。

[0056] ③分子蒸馏:蒸发分离出的重组分即72%质量百分含量花椒麻素和花椒芳香油,进入分子蒸馏设备,按50ml/h的进料速度进入分子蒸馏柱,经料液分布器将其连续均匀地分布在加热面上,随即刮膜器将料液刮膜成液膜,所述加热面温度为70℃,刮膜器转速为频率为50HZ,液膜厚度为0.01cm,然后在50Pa的真空度下,分离出轻组分和重组分;轻组分为花椒芳香油,重组分为花椒麻素产品,轻重两组分的质量比为5:67。

[0057] 产品检测:所得花椒麻素产品中,花椒麻素含量为720mg/g。

[0058] 实施例二

[0059] 本发明高纯度花椒麻素的制备方法,具体如下:

[0060] ①原料预处理:以超临界萃取出的花椒油树脂为原料,加热至无不溶性固体颗粒,所述加热温度为65℃,加热时间12min;所述超临界萃取以红花椒为原料,萃取过程中萃取压力5.8MPa、萃取温度25℃,加压泵频率15HZ;所述花椒油树脂成分包括花椒芳香油、芳樟醇、柠檬烯、花椒酰胺类物质;

[0061] ②蒸发:花椒油树脂按90ml/h的进料速度进入蒸发器H1中,经料液分布器将其连续均匀地分布在加热面上,随即刮膜器将料液刮膜成液膜,加热面温度为88℃,刮膜器频率为50HZ,液膜厚度为0.015cm,然后在40-50Pa的真空度下,分离出轻组分和重组分,所述轻组分为30%质量百分含量的花椒芳香油,重组分为70%质量百分含量花椒麻素和花椒芳香油。

[0062] ③分子蒸馏:蒸发分离出的重组分即70%质量百分含量花椒麻素和花椒芳香油,进入分子蒸馏设备,按55ml/h的进料速度进入分子蒸馏柱,经料液分布器将其连续均匀地分布在加热面上,随即刮膜器将料液刮膜成液膜,所述加热面温度为75℃,刮膜器转速为频率为50HZ,液膜厚度为0.015cm,然后在40-50Pa的真空度下,分离出轻组分和重组分;轻组分为花椒芳香油,重组分为花椒麻素产品,轻重两组分的质量比为2:33。

[0063] 产品检测:所得花椒麻素产品中,花椒麻素含量为850mg/g。

[0064] 实施例三

[0065] 本发明高纯度花椒麻素的制备方法,具体如下:

[0066] ①原料预处理:以超临界萃取出的花椒油树脂为原料,加热至无不溶性固体颗粒,所述加热温度为70℃,加热时间10min;所述超临界萃取以红花椒为原料,萃取过程中萃取压力6.5MPa、萃取温度20℃,加压泵频率15HZ;所述花椒油树脂成分包括花椒芳香油、芳樟醇、柠檬烯、花椒酰胺类物质;

[0067] ②蒸发：花椒油树脂按 100ml/h 的进料速度进入蒸发器 H1 中，经料液分布器将其连续均匀地分布在加热面上，随即刮膜器将料液刮膜成液膜，加热面温度为 95℃，刮膜器频率为 50HZ，液膜厚度为 0.02cm，然后在 40Pa 的真空度下，分离出轻组分和重组分，所述轻组分为 33% 质量百分含量的花椒芳香油，重组分为 67% 质量百分含量花椒麻素和花椒芳香油。

[0068] ③分子蒸馏：蒸发分离出的重组分即 67% 质量百分含量花椒麻素和花椒芳香油，进入分子蒸馏设备，按 60ml/h 的进料速度进入分子蒸馏柱，经料液分布器将其连续均匀地分布在加热面上，随即刮膜器将料液刮膜成液膜，所述加热面温度为 80℃，刮膜器转速为频率为 50HZ，液膜厚度为 0.02cm，然后在 40Pa 的真空度下，分离出轻组分和重组分；轻组分为花椒芳香油，重组分为花椒麻素产品，轻重两组分的质量比为 4:63。

[0069] 产品检测：所得花椒麻素产品中，花椒麻素含量为 820mg/g。

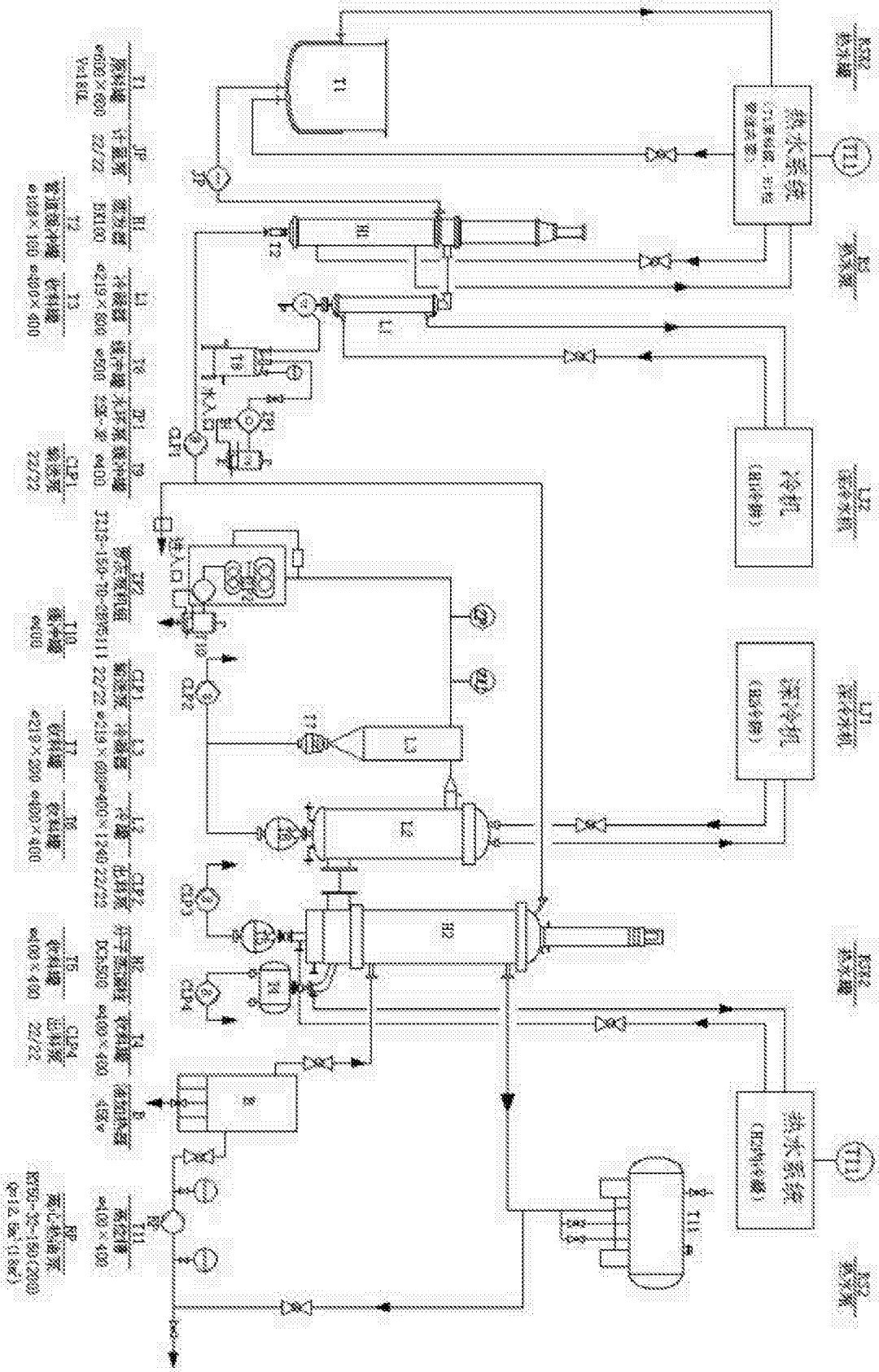


图 1