

从甜叶菊中提取甜菊苷的工艺研究

赵永金 孙传庆

(石河子大学师范学院化学系, 新疆石河子 832003)

摘 要 介绍了用水提取、醇沉淀和离子交换树脂精制等工艺从甜叶菊中提取甜菊苷的方法。并着重对水的用量、浸提最佳时间、加叶先后顺序、精制方法等影响甜菊苷提取率的重要因素进行了研究。

关键词 甜叶菊, 甜菊苷, 提取工艺

分类号 TS244.1, TS244.2

甜叶菊又名甜菊、糖草,是目前已知甜度较高的糖料植物之一^[1,2]。其叶片中含有甜叶菊糖苷(简称甜叶菊苷或甜菊苷)。甜菊苷的甜度约为蔗糖的 300 倍,是一种无毒、天然的有机甜味剂。由于其在人体内不参与代谢,不提供热量,故在食品和医药生产中可代替蔗糖。甜菊苷具有清热、利尿,调节胃酸的功效,对高血压、糖尿病也有一定的疗效。目前,国内外从甜叶菊中提取甜菊苷的方法很多^[3,4],如溶剂萃取法、离子交换法、透析法、分子筛法、醋酸铜法和硫化氢法等。笔者介绍的方法,是以本地产甜叶菊为原料,先用水提取,继之用醇沉淀,再经离子交换树脂精制,即可得到较纯的甜菊苷结晶。

1 材料和方法

甜叶菊为新疆北疆产,7月采收,自然阴干,无霉变。提取时采用干叶作原料。

CaO, FeSO₄, 体积分数 95% 乙醇, 甲醇等皆为化学纯(西安化学试剂厂生产)。阳离子交换树脂 732 和阴离子交换树脂 714(上海树脂厂生产)用蒸馏水浸泡 24 h 备用。

称取一定量的甜叶菊干叶,采用水提取醇沉淀法,得到的溶液经沉淀剂和离子交换树脂除杂、脱色、去味处理,用体积分数 5% 的甲醇溶液重结晶,便得到纯净的甜菊苷白色结晶。其工艺流程为:

绿色干叶 用水提取 过滤 加 CaO 粉末 过滤 加入 FeSO₄ 溶液 过滤 浓缩 加入乙醇 过滤 离子交换树脂处理 浓缩并回收乙醇 浸膏 重结晶 60 恒温烘干 白色结晶。

1.1 甜叶菊提取液的制备

在 1 000 mL 的烧杯中加入自来水 300 mL(为原料的 15 倍),加热至沸,慢慢加入甜叶菊干叶 20 g。轻轻搅拌使干叶完全浸泡在沸水中,然后蒸煮 40 min。冷却到室温,过滤,得到 150 mL 黑褐色提取液。滤渣再连续提取 2 次(每次加 200 mL 自来水,蒸煮 20 min)。过滤后将 3 次提取液合并,总体积约 300 mL。

1.2 提取液的除杂和浓缩

在搅拌下, 向上述提取液中加入 2 g CaO 粉末。静置 1 h, 待杂质完全沉淀后, 过滤。向滤液中加入 $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 FeSO_4 溶液 1 mL, 充分搅拌。然后再静置 1 h, 过滤。将滤液加热浓缩到 40 mL 左右, 冷却到室温后加入 50 mL 体积分数 95% 的乙醇溶液。静置约 2 h, 再经过滤, 得 60 mL 淡黄色溶液, 备用。

1.3 甜菊苷结晶的制取

将用蒸馏水浸泡好的阴离子交换树脂和阳离子交换树脂分别装入离子交换柱中, 并按先阴离子后阳离子的顺序连接好装置。然后将 1.2 中得到的 60 mL 淡黄色溶液加入到阴离子交换柱中, 用体积分数 95% 的乙醇冲洗, 共收集乙醇溶液 500 mL。浓缩乙醇溶液, 得到淡褐色浸膏。将浸膏用体积分数 5% 的甲醇溶液进行重结晶, 最后得到 2.47 g 甜菊苷的白色晶体。按干叶重计算, 产率为 12.35%。

2 结果与分析

2.1 不同浸提方法的比较

甜菊苷浸液除了用蒸煮法获得以外, 还可以通过冷水浸泡法或发酵法得到。3 种方法提取甜菊苷的产率^[5]见表 1。

表 1 不同浸提法对甜菊苷提取率的影响

%

试验次数	浸提方法		
	蒸煮法	浸泡法	发酵法
	12.42	12.33	12.29
	12.50	12.38	12.35
	12.48	12.35	12.30
平均	12.47	12.35	12.31

注: 提取率为甜菊苷占干叶重的百分比。

从表 1 中可以看出, 甜菊苷的提取率以蒸煮法为最高, 冷水浸泡法次之, 发酵法较低。发酵法较低是由于在酶和微生物作用下部分甜菊苷发生了分解之故。

不同浸提法在浸提时间、产品品质和工艺操作方面的比较见表 2。从表 2 可以看出, 3 种处理方法中, 蒸煮法的生产周期短, 工艺操作简单, 产品质量较优。因此蒸煮法适宜于工业生产。

表 2 不同浸提法的比较

浸提方法	浸提时间/h	产品品质	工艺操作
蒸煮法	< 2	色泽较好, 味较正	不复杂
浸泡法	> 24	色泽较好, 味较正	复杂
发酵法	> 12	色泽较好, 味正	较复杂

2.2 蒸煮法提取甜菊苷的最佳水量和最佳时间

多次试验表明, 在用蒸煮法提取甜菊苷时, 第一次加水量为干叶重的 15 倍效果最佳。如果水太多, 不但后续步骤中所需沉淀剂的用量增加, 而且浓缩时间长, 增大成本; 如果水太少, 甜菊苷提出速度将会因溶液浓度过高而减慢。浸提时间试验见表 3。

表 3 不同浸提时间对甜菊苷提取量的影响(蒸煮法)

g · kg⁻¹

试验次数	浸提时间/min					
	10	20	30	40	50	60
	38.0	74.5	81.0	90.5	91.5	93.0
	41.5	70.5	81.0	90.0	92.0	92.5
	35.0	72.5	79.5	91.0	91.5	92.0
平均	38.0	72.5	80.5	90.5	91.5	92.5

从表 3 中可以看出, 在 10 ~ 40 min, 甜菊苷提取量的差异比较显著, 40 min 后差异不明显, 故第一次浸提时间选择 40 min 为宜。

第二和第三次蒸煮时, 以自来水用量为干叶重的 10 倍为宜, 从色泽和味觉观察, 这时的滤渣味很淡, 可以判定甜菊苷已提出完全。

2.3 蒸煮法中加叶的先后顺序对甜菊苷提取率的影响

从表 4 中可以看出, 沸水加叶的提取率比冷水加叶的高。这是因为细胞中的水解酶和微生物对甜菊苷有分解作用。沸水加叶可以杀菌、杀酶, 避免了甜菊苷分解, 从而提高了甜菊苷的提取率。

表 4 蒸煮法中加叶的先后顺序对甜菊苷提取率的影响

%

方 法	试验次数				平均
沸水加叶	12.28	12.23	12.35		12.29
冷水加叶	11.60	11.21	11.79		11.53

2.4 不同沉淀剂对除杂提纯的作用

浸液中所含的有机杂质主要有蛋白质、有机酸、色素、鞣质和糖等。本研究选用了价格便宜、无毒、无臭、除杂效果较好的 CaO, FeSO₄ 和乙醇作为沉淀剂。其中, CaO 在水中生成的 Ca(OH)₂, 不但能中和有机酸, 防止酸水解甜菊苷, 而且使有机酸生成钙盐沉淀, 并能吸附一定量的杂质。另外, Ca(OH)₂ 电离出的 Ca²⁺ 也能与蛋白质等形成沉淀。FeSO₄ 在水中可形成 Fe(OH)₂ 胶体, 该胶体具有吸附作用, 尤其对离子型杂质的吸附作用较强, 吸附后形成沉淀, 故除杂效果也很明显。乙醇能溶解甜菊苷而不溶解杂质, 利用这一性质可使甜菊苷与杂质分离。

2.5 离子交换树脂的除杂作用

离子交换树脂在工业上常用于精制离子型化合物, 其主要作用在于除去 Ca²⁺, Fe²⁺, Fe³⁺, Mg²⁺, NO₃⁻, SO₄²⁻, C₂O₄²⁻, Cl⁻, Na⁺, CO₃²⁻ 等无机离子。离子交换树脂除去无机离子非常完全, 但对非离子型的有机物除去效果则不理想。因此, 在除去无机离子之前, 应先除去有机杂质。目前, 用离子交换树脂处理浸液是得到高纯度甜菊苷的关键和有效措施。交换后的溶液为乙醇及含有少量非离子杂质的甜菊苷溶液, 在乙醇溶液浓缩后, 再用稀甲醇溶液重结晶, 即可得到纯度较高的甜菊苷。

3 小 结

新疆地区的气候特点是雨量少, 日照长, 光照强, 温差大, 有利于甜叶菊的生长。试验证明, 单季产量较内地高, 干重含糖量可达 13% 左右, 超过国标约 10%。本研究对提取甜

菊苷的诸多条件进行了探索和研究, 简化了提取工艺, 便于工业化生产甜菊苷。

参 考 文 献

- 1 何毓娟, 李元彬. 发展甜菊生产大有可为. 中国糖料, 1997(1): 52 ~ 56
- 2 舒世珍编著. 中国甜菊栽培及应用技术. 北京: 农业出版社, 1994
- 3 柳友庄. 甜菊精简易提取工艺. 热带作物科技, 1989(6): 58 ~ 59
- 4 沈秀丽, 张贤泽. 甜菊苷的制备与含量测定. 中国甜菜, 1995(4): 54 ~ 55
- 5 项秀珠, 郭秀珠, 黄品湖. 甜菊苷含量的测定方法研究. 浙江农业科学, 1996(2): 97 ~ 99

Reaserch on Extracting Stevioside from Stevia Rebaudiana Bertoni

Zhao Yongjin Sun Chuanqing

(Department of Chemistry of Teacher College, Shehezi University, Xinjiang, Shihezi 832003)

Abstract The paper put forwards the way of extracting refining stevioside by boiling water from the leaves of *stevia rebaudiana bertoni* and removing impurities from extract by alcohol and ion exchanger. The paper also studied the water amount and the best time for extracting stevioside and the sequence of adding leaves and the refining way, which affected the extracting rate of stevioside.

Key words *stevia rebaudiana bertoni*, stevioside, extracting technique