



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 103652204 B

(45)授权公告日 2018.04.06

(21)申请号 201210334697.7

(22)申请日 2012.09.11

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 103652204 A

(43)申请公布日 2014.03.26

(73)专利权人 云南天士力帝泊洱生物茶集团有
限公司

地址 665000 云南省普洱市思茅区凤凰路
市信息产业办内

(72)发明人 陈庆闯 刘顺航 何忠荣 戚亚辉
贾黎晖

(74)专利代理机构 北京华科联合专利事务所
(普通合伙) 11130

代理人 王为

(51)Int.Cl.

A23F 3/36(2006.01)

A23F 3/20(2006.01)

(56)对比文件

CN 1141727 A,1997.02.05,权利要求4和说
明书第1页.

CN 1051481 A,1991.05.22,全文.

CN 1082327 A,1994.02.23,全文.

CN 101012215 A,2007.08.08,全文.

CN 102702162 A,2012.10.03,全文.

叶勇等.茶制品去咖啡因方法的比较研究.
《中国食品添加剂》.1999,(第1期),第41页.

审查员 郑晓艳

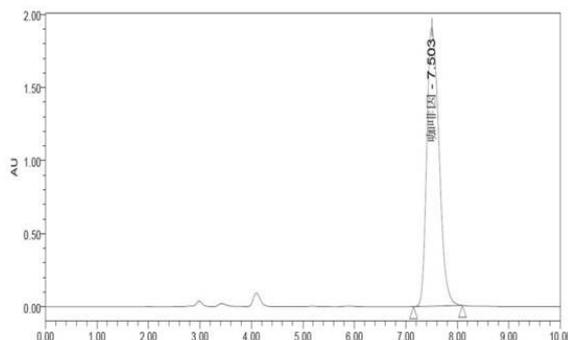
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54)发明名称

一种去除茶叶提取物中咖啡因和农药残留
的方法

(57)摘要

本发明涉及一种茶叶提取物精制技术,特别
是用低碳醇或者极性类似的低毒有机试剂去除
茶叶提取物中的咖啡因和农药残留,从而得到低
咖啡因的茶叶提取物。



1. 一种去除茶叶提取物中咖啡因和农药残留的方法,其特征在于,步骤如下:取茶叶提取物a,6倍茶叶提取物体积的95%乙醇回流提取,过滤;滤渣继续加6倍茶叶提取物体积的95%乙醇回流提取,过滤;滤渣继续加6倍茶叶提取物体积的95%乙醇回流提取,过滤,其中所述乙醇为循环使用或者每次提取单次使用;

滤渣干燥后,得茶叶提取物b,备用;

三次提取所得提取液浓缩析晶,过滤,滤渣干燥,即为咖啡因粗品;滤液添加至茶叶提取物b中,挥干乙醇,得茶叶提取物c,即为低咖啡因、低农残的茶叶提取物。

2. 如权利要求1所述的方法,其特征在于,所述茶叶提取物为,普洱茶经水提、除杂、浓缩、干燥制得的提取物。

一种去除茶叶提取物中咖啡因和农药残留的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及到茶叶提取物精制技术,特别是对茶叶提取物中咖啡因和残留农药的脱除,从而得到低咖啡因的茶叶提取物,所属领域为食品加工领域。

背景技术

[0002] 茶叶提取物主要含茶多酚,氨基酸,茶多糖,咖啡因及微量元素等多种成分。

[0003] 咖啡因是一种黄嘌呤生物碱化合物,是一种中枢神经兴奋剂,高剂量摄入咖啡因会刺激中枢神经、影响睡眠、增加血压、提高类风湿性关节炎的患病率。

[0004] 近年来国外市场已经有部分低咖啡因或脱咖啡因的茶类,这让人们既可以享受饮茶的乐趣,同时又尽可能拒绝咖啡因对健康带来的不利影响。

[0005] 茶叶中的咖啡因因茶叶种类、叶子的老嫩、不同土壤、不同气候以及加工方法不同而稍有区别,但是总的差别不大,茶叶中咖啡因含量约为5%左右,而茶叶提取物中咖啡因含量一般高达10%左右。咖啡因极易溶于热水,不管是茶叶还是速溶茶等茶叶制品,冲泡时都溶有大量的咖啡因,脱除咖啡因不仅对茶叶制品的品质有所提高,还满足人们对健康的要求。

[0006] 目前有关茶类脱咖啡因的方法很多,如:

[0007] 水脱除咖啡因的方法

[0008] 水脱除咖啡因的方法,是利用咖啡因在水(特别是热水)中有很容易溶解的性质,把咖啡因脱除;热水浸泡茶叶鲜叶可以有效脱除咖啡因,但在浸泡过程其他有效成分也损失很大,且对成品茶的感官品质影响巨大,造成茶叶品质劣化。

[0009] 溶剂萃取脱除咖啡因

[0010] 茶制品(茶浓缩汁或速溶茶等)常用水浸提。为了将咖啡碱从浸提液分离,常使用非水溶性的有机溶剂,乙酸乙酯、二氯甲烷和三氯甲烷为常用的咖啡碱萃取剂。利用有机溶剂脱除茶叶中咖啡碱方法简便、脱除效率高,但因为有机溶剂具毒性,易造成残留,因此该方法在脱咖啡因茶制品的生产中已逐步被淘汰。

[0011] 超临界萃取法(SFE)

[0012] 超临界萃取法(SFE)是近年发展起来的一种新型的分离技术。它利用超临界状态下的流体溶剂,在超出临界温度与压力的区域下进行萃取,用超临界CO₂ 流体作为溶剂更显优势,因为CO₂的临界值低,压力与温度的一个较小变化都会引起流体密度的幅度改变,并极易渗透到原料基质中,使萃取组分通过分配扩散作用而充分溶解,从而达到萃取的目的。但是超临界萃取设备要求高,成本太大,无法满足到大的生产中去。

[0013] 吸附分离脱除咖啡因

[0014] 咖啡因具多羟基嘌呤环和共轭双键结构,易被多孔性物质(如活性炭、硅藻土、活性粘土、纤维素等)所吸附,通过树脂脱除咖啡因是近年来研究的热点,该方法具有明显的优点,能耗低,脱除率高,操作简便,但也有其不足之处,树脂价格高,使用寿命短,容易产生残留等安全性问题。

[0015] 微生物降解咖啡因

[0016] 关于微生物降解咖啡因的研究,1970 年代早期就有报道,可能是由于咖啡因被细菌看待为有毒物质,从那以后以咖啡因作为微生物生长基质的研究不断取得新的进展,但是没有取得很好的效果。

[0017] 另外,公开的文献还包括乙醇提取茶叶中咖啡因,但其目的均为提取咖啡因,并非脱除茶叶提取物中的咖啡因,并且此种方法具有乙醇用量大、成本高、危险性强、茶多酚等有效成分大量损失等缺点。

[0018] 以上几种方法对于制备脱咖啡因茶叶提取物有很大的局限性,因此研究脱除咖啡因效率高,符合大生产条件的制备脱咖啡因茶叶提取物是有用的,为此本发明提供一种适应大生产,脱除咖啡因效率高的制备脱咖啡因茶叶提取物的方法。

[0019] 本发明采用一种溶剂法,在不影响茶叶提取物品质的情况下,把咖啡因从茶叶提取物中提取分离出来,整个脱除过程工艺简单,咖啡因脱除率高,溶剂可以回收重复利用,分离出来的咖啡因也可进行开发利用,而且,本发明还意外的发现,采用本发明的技术脱除咖啡因后的茶叶提取物,农药残留也大大降低。

发明内容

[0020] 本发明提供一种去除茶叶提取物中咖啡因和农药残留的方法,该方法包括用低碳醇或者极性类似的低毒有机试剂处理茶叶提取物,以去除茶叶提取物中的咖啡因和农药残留。

[0021] 所述茶叶提取物为茶叶经提取、除杂、浓缩、干燥制得的提取物

[0022] 所述茶叶提取物的提取方式为:水提取、榨汁提取、低浓度醇提取。

[0023] 本发明的方法,其中所述低碳醇为:甲醇、乙醇、丙二醇、丙三醇的水溶液或者各种比例低碳醇混合物的水溶液;优选低碳醇为80-100%乙醇,最优选95%乙醇。所述低碳醇的用量为茶叶提取物的3-100体积倍。

[0024] 所述极性类似的低毒有机试剂为丙酮、乙酸乙酯等。

[0025] 所述处理茶叶提取物是将溶剂加入茶叶提取物提取,分离出茶叶提取物中的咖啡因和农药残留,回收溶剂后得到去除咖啡因和农药残留的茶叶提取物。所述去除方法选自以下方法:冷浸提取、超声提取、微波提取、温浸提取,优选加热回流提取。

[0026] 优选的去除方法如下:取茶叶提取物,用3-10倍茶叶提取物体积的80-100%乙醇回流提取,过滤;滤渣继续加3-10倍茶叶提取物体积的80-100%乙醇回流提取,过滤;滤渣继续加3-10倍茶叶提取物体积的80-100%乙醇回流提取,过滤,其中所述乙醇为循环使用或者每次提取单次使用;滤渣干燥后即为本发明制备的低咖啡因、低农残的茶叶提取物。

[0027] 更优选的去除方法如下:取茶叶提取物,用6倍茶叶提取物体积的90-100%乙醇回流提取,过滤;滤渣继续加6倍茶叶提取物体积的90-100%乙醇回流提取,过滤;滤渣继续加6倍茶叶提取物体积的90-100%乙醇回流提取,过滤,其中所述乙醇为循环使用或者每次提取单次使用;滤渣干燥后即得低咖啡因、低农残的茶叶提取物。

[0028] 过滤后得到的滤液经过浓缩,析晶,过滤,滤渣干燥后得到咖啡因。

[0029] 咖啡因析晶后过滤得到的液体由于提取过程中会提取出部分香气成分,因此可将该液体可加入至上步提取后的茶叶提取物中,利用溶剂与香气成分沸点的差别,低温挥干

溶剂,将香气成分重新回填到茶叶提取物中。

[0030] 因此,本发明最优的提取方法如下:

[0031] 取茶叶提取物a,6倍茶叶提取物体积的95%乙醇回流提取,过滤;滤渣继续加6倍茶叶提取物体积的95%乙醇回流提取,过滤;滤渣继续加6倍茶叶提取物体积的95%乙醇回流提取,过滤,其中所述乙醇为循环使用或者每次提取单次使用;

[0032] 滤渣干燥后,得茶叶提取物b,备用;

[0033] 三次提取所得提取液浓缩析晶,过滤,滤渣干燥,即为咖啡因粗品;滤液浓缩后添加至茶叶提取物b中,挥干乙醇,得茶叶提取物c,即为低咖啡因、低农残的茶叶提取物。

[0034] 本发明所述茶叶提取物属于现有技术,可以购买得到,也可以根据现有技术制备,为茶叶用水提取得到的提取物,所述茶叶可以是任何一种可供饮用的茶叶,本发明所述茶叶提取物是指茶叶经过用水提取、浓缩、干燥等加工方式制备的可溶于水的浓缩物质,其包含但不仅限于绿茶提取物、红茶提取物、乌龙茶提取物、普洱茶提取物、黑茶提取物、黄茶提取物、白茶提取物、各种茶叶混合提取得到的提取物、各种茶叶提取物混合后的产品、含有茶叶提取物的固体制品等。

[0035] 优选普洱茶,为此本发明优选的原料是普洱茶提取物,该提取物是经过以下步骤制备的:普洱茶经水提、除杂、浓缩、干燥制得的提取物。

[0036] 以下通过实验数据说明本发明的有益效果:

[0037] 茶叶提取物经处理前后其有效成分及农残含量数据:

[0038]

项目	茶叶提取物 1		茶叶提取物 2		茶叶提取物 3		检测方法	
	脱除前	脱除后	脱除前	脱除后	脱除前	脱除后		
感官品质	醇和、苦涩	醇和	醇和、苦涩	醇和	醇和、苦涩	醇和	多人品评	
茶多酚含量	21.6%	21.4%	22.0%	22.1%	21.3%	21.4%	UV	
茶多糖含量	11.8%	12.1%	9.8%	9.7%	12.0%	11.9%	UV	
咖啡因含量	9.0%	1.1%	10.2%	1.2%	9.7%	0.75%	HPLC	
农残	吡虫啉	0.024	未检出	0.050	0.009	0.052	0.007	超高效液
	啶虫脒	未检出	未检出	0.019	未检出	未检出	未检出	相色谱串
	丁醚脲	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	联质谱法

[0039] 通过以上数据可以得出,本申请所述方法在去咖啡因和农残的同时,能够很好的保留茶叶提取物中的其他有效成分。

[0040] 其中,茶叶提取物1和茶叶提取物2的生产工艺为:普洱茶,分别使用10倍、8倍、8倍水沸腾回流提取3次,每次1h,提取液去除杂质,真空浓缩至膏,喷雾干燥。

[0041] 处理前后茶叶提取物中咖啡因含量的液相检测图谱,其中液相检测条件为:流动相为甲醇-水(30:70);检测波长280nm;柱温40℃;流速1.0ml/min

[0042] 由附图1和2可知,处理前茶叶提取物中的咖啡因含量为9.0%,处理后茶叶提取物中的咖啡因含量为0.75%,说明茶叶提取物中的咖啡因被有效去除。

[0043] 本发明创造的优势

[0044] 1、本申请所述的方法除咖啡因安全性高、成本低,易于产业化生产。

- [0045] 2、本申请所述的方法在脱除咖啡因的同时,有效降低了产品的农残含量。
- [0046] 3、本申请所述的方法较直接用乙醇去除茶叶中的咖啡因,尚有如下优势:
- [0047] 1)本申请所述的方法较直接用乙醇去除茶叶中的咖啡因,其乙醇用量节约85%左右。
- [0048] 2)茶多酚在乙醇中有一定的溶解性,本申请所述的方法使用乙醇量较少,大大减少了多酚类有效成分的损失;
- [0049] 3)脂溶性成分在乙醇中溶解度比较高,会影响乙醇对咖啡因的脱除效果,茶叶中含有大量脂溶性成分,而茶叶提取物中的脂溶性成分含量非常少,因此本申请所述的方法咖啡因脱除效果明显高于乙醇提取茶叶对咖啡因的脱除效果。可有效脱除茶叶提取物中的咖啡因和农残,工艺简单、成本低,可产业化。使用食品级乙醇溶液作为脱除剂时,可以有效避免有毒有害溶剂残留,提升茶叶提取物的健康品质。脱除的咖啡因可进一步回收利用,生产咖啡因制品。

附图说明

- [0050] 图1,茶叶提取物(处理前)咖啡因含量检测图谱
- [0051] 图2,茶叶提取物(处理后)咖啡因含量检测图谱
- [0052] 图3,处理茶叶提取物的乙醇液中咖啡因含量检测图谱

具体实施方式

- [0053] 以下通过实施例进一步说明本发明,但不作为对本发明的限制。
- [0054] 实施例1
- [0055] 取普洱茶提取物1kg(市场上购买或根据现有技术用水提取的方法制备的)a,加入6升95%乙醇回流提取,过滤;滤渣继续加6升95%乙醇回流提取,过滤;滤渣继续加6升95%乙醇回流提取,过滤;
- [0056] 滤渣干燥后,得茶叶提取物b,备用;
- [0057] 三次提取所得提取液浓缩析晶,过滤,滤渣干燥,即为咖啡因粗品;滤液浓缩后添加至茶叶提取物b中,挥干乙醇,得低咖啡因、低农残的普洱茶提取物。
- [0058] 实施例2
- [0059] 取普洱茶提取物1kg(市场上购买或根据现有技术用水提取的方法制备的)a,加入6升80%乙醇回流提取,过滤;滤渣继续加6升80%乙醇回流提取,过滤;滤渣继续加6升80%乙醇回流提取,过滤,其中所述乙醇为每次提取单次使用;
- [0060] 滤渣干燥后,得茶叶提取物b,备用;
- [0061] 三次提取所得提取液浓缩析晶,过滤,滤渣干燥,即为咖啡因粗品;滤液浓缩后添加至茶叶提取物b中,挥干乙醇,得低咖啡因、低农残的普洱茶提取物。
- [0062] 实施例3
- [0063] 取普洱茶提取物1kg(市场上购买或根据现有技术用水提取的方法制备的)a,加入6升无水乙醇回流提取,过滤;滤渣继续加6升无水乙醇回流提取,过滤;滤渣继续加6升无水乙醇回流提取,过滤,其中所述乙醇为循环使用;
- [0064] 滤渣干燥后,得茶叶提取物b,备用;

[0065] 三次提取所得提取液浓缩析晶,过滤,滤渣干燥,即为咖啡因粗品;滤液浓缩后添加至茶叶提取物b中,挥干乙醇,得低咖啡因、低农残的普洱茶提取物。

[0066] 实施例4

[0067] 取普洱茶提取物1kg(市场上购买或根据现有技术用水提取的方法制备的)a,加入3升甲醇回流提取,过滤;滤渣继续加3升甲醇回流提取,过滤;滤渣继续加3升甲醇回流提取,过滤,其中所述甲醇为循环使用;

[0068] 滤渣干燥后,得茶叶提取物b,备用;

[0069] 三次提取所得提取液浓缩析晶,过滤,滤渣干燥,即为咖啡因粗品;滤液浓缩后添加至茶叶提取物b中,挥干甲醇,得低咖啡因、低农残的普洱茶提取物。

[0070] 实施例5

[0071] 取普洱茶提取物1kg(市场上购买或根据现有技术用水提取的方法制备的)a,加入6升丙酮回流提取,过滤;滤渣继续加6升丙酮回流提取,过滤;滤渣继续加6升丙酮回流提取,过滤;

[0072] 滤渣干燥后,得茶叶提取物b,备用;

[0073] 三次提取所得提取液浓缩析晶,过滤,滤渣干燥,即为咖啡因粗品;滤液浓缩后添加至茶叶提取物b中,挥干丙酮,得低咖啡因、低农残的普洱茶提取物。

[0074] 实施例6

[0075] 取普洱茶提取物1kg(市场上购买或根据现有技术用水提取的方法制备的)a,加入6升乙酸乙酯回流提取,过滤;滤渣继续加6升乙酸乙酯回流提取,过滤;滤渣继续加6升乙酸乙酯回流提取,过滤;

[0076] 滤渣干燥后,得茶叶提取物b,备用;

[0077] 三次提取所得提取液浓缩析晶,过滤,滤渣干燥,即为咖啡因粗品;滤液浓缩后添加至茶叶提取物b中,挥干乙酸乙酯,得低咖啡因、低农残的普洱茶提取物。

[0078] 实施例7

[0079] 取绿茶提取物1kg(市场上购买或根据现有技术用水提取的方法制备的)a,加入6升95%乙醇回流提取,过滤;滤渣继续加6升95%乙醇回流提取,过滤;滤渣继续加6升95%乙醇回流提取,过滤,其中所述乙醇为循环使用;

[0080] 滤渣干燥后,得茶叶提取物b,备用;

[0081] 三次提取所得提取液浓缩析晶,过滤,滤渣干燥,即为咖啡因粗品;滤液浓缩后添加至茶叶提取物b中,挥干乙醇,得低咖啡因、低农残的绿茶提取物。

[0082] 实施例8

[0083] 取红茶提取物1kg(市场上购买或根据现有技术用水提取的方法制备的)a,加入6升90%乙醇回流提取,过滤;滤渣重新填加6升90%乙醇回流提取,过滤;滤渣重新填加6升90%乙醇回流提取,过滤;

[0084] 滤渣干燥后,得茶叶提取物b,备用;

[0085] 三次提取所得提取液浓缩析晶,过滤,滤渣干燥,即为咖啡因粗品;滤液浓缩后添加至茶叶提取物b中,挥干乙醇,得低咖啡因、低农残的红茶提取物。

[0086] 实施例9

[0087] 取乌龙茶提取物1kg(市场上购买或根据现有技术用水提取的方法制备的)a,加入

6升98%乙醇回流提取,过滤;滤渣重新填加6升98%乙醇回流提取,过滤;滤渣重新填加6升98%乙醇回流提取,过滤;

[0088] 滤渣干燥后,得茶叶提取物b,备用;

[0089] 三次提取所得提取液浓缩析晶,过滤,滤渣干燥,即为咖啡因粗品;滤液浓缩后添加至茶叶提取物b中,挥干乙醇,得低咖啡因、低农残的乌龙茶提取物。

[0090] 实施例10

[0091] 取普洱茶提取物1kg(市场上购买或根据现有技术用水提取的方法制备的)a,加入6升95%乙醇回流提取,过滤;滤渣重新填加6升95%乙醇回流提取,过滤;滤渣重新填加6升95%乙醇回流提取,过滤;滤渣干燥,即得低咖啡因、低农残的普洱茶提取物。

[0092] 三次提取所得提取液浓缩析晶,过滤,滤渣干燥,即为咖啡因粗品。

[0093] 实施例11

[0094] 取普洱茶提取物1kg(市场上购买或根据现有技术用水提取的方法制备的)a,加入6升95%乙醇回流提取,过滤,滤渣趁热采用1升30-40℃的95%乙醇洗涤,滤渣干燥,即得低咖啡因、低农残的普洱茶提取物,其中每次提取所用乙醇为单次使用。

[0095] 提取液及洗涤液合并后浓缩析晶,过滤,滤渣干燥,即为咖啡因粗品。

[0096] 实施例12

[0097] 取普洱茶提取物1kg(市场上购买或根据现有技术用水提取的方法制备的)a,加入6升无水乙醇回流提取,过滤;滤渣继续加6升无水乙醇回流提取,过滤;滤渣干燥,即得低咖啡因、低农残的普洱茶提取物。

[0098] 两次提取所得提取液浓缩析晶,过滤,滤渣干燥,即为咖啡因粗品。

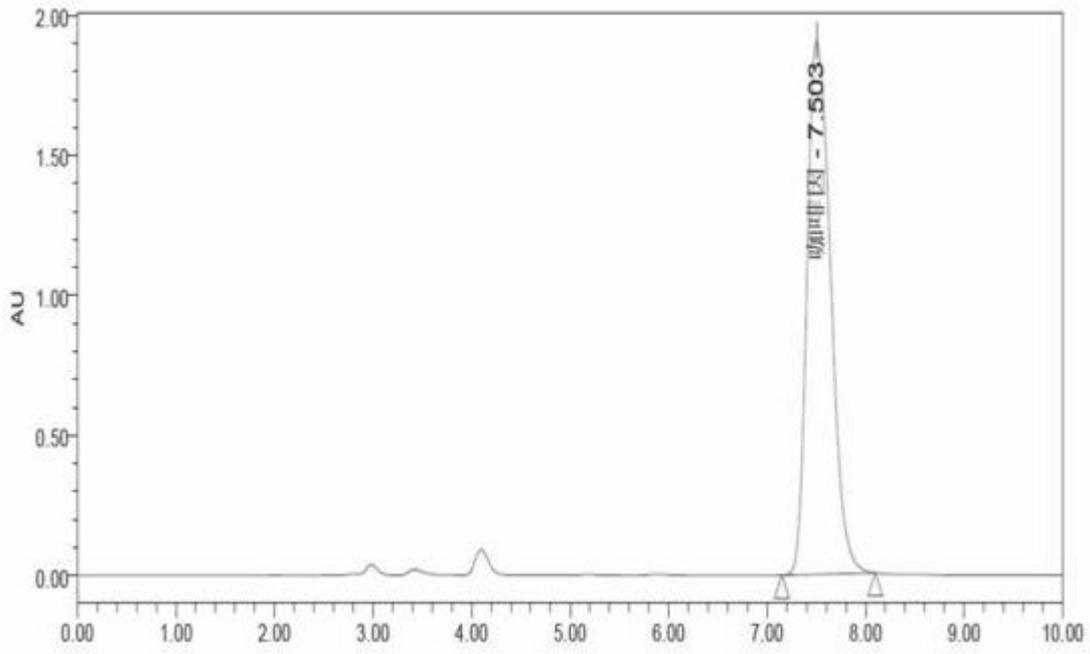


图1

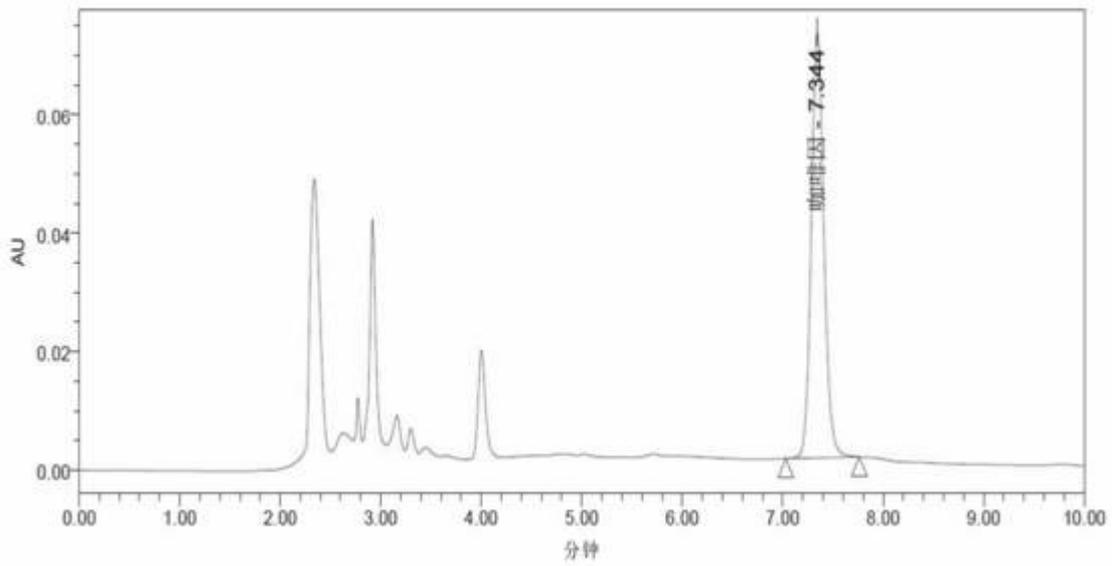


图2

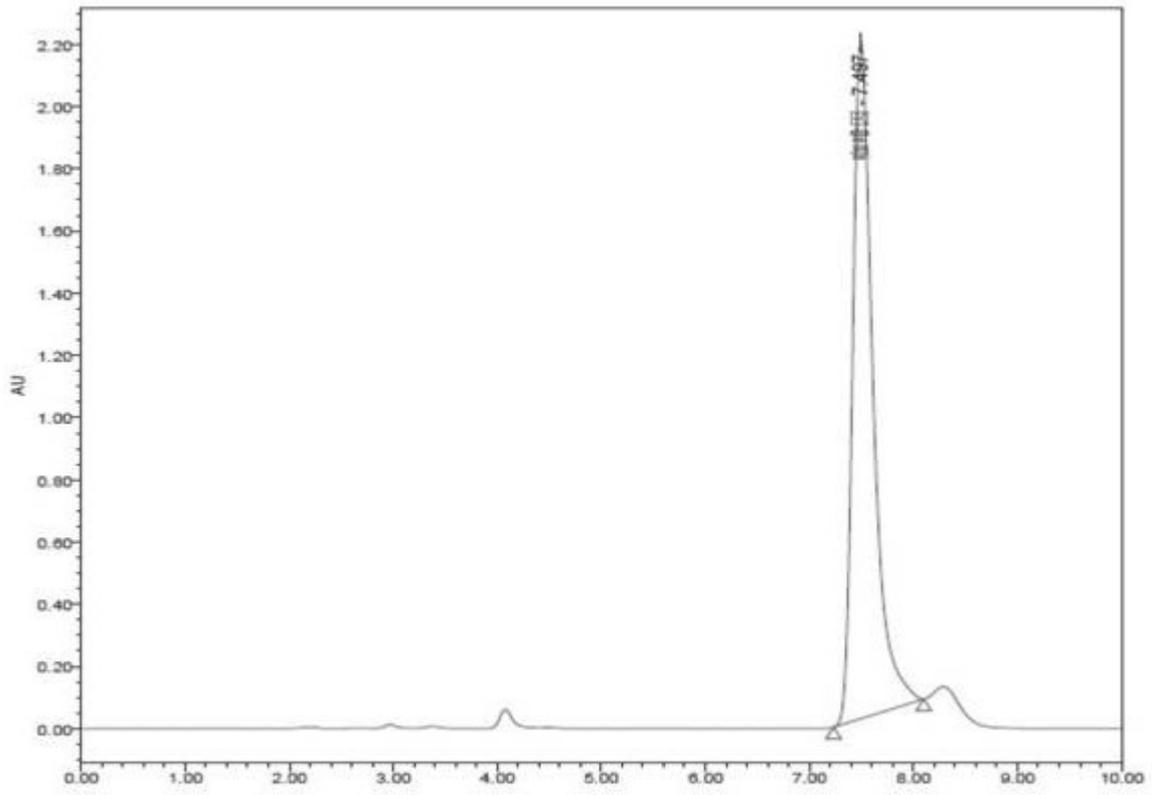


图3