(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106916231 B
(45)授权公告日 2019.07.16

(21)申请号 201710316191.6

(22)申请日 2017.05.08

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 106916231 A

(43)申请公布日 2017.07.04

(73)专利权人 兰州理工大学
地址 730050 甘肃省兰州市七里河区兰工坪路287号

(72)发明人 任海伟 王聪 陈鑫 张丙云 李志忠 王玉玮 李志杰 喇慧翔 王永刚 刘晓风 张百刚

(74)专利代理机构 北京市邦道律师事务所 11437
代理人 段君峰 薛艳

(51)Int.Cl.
C08B 15/02(2006.01)

审查员 宛朋

权利要求书1页 说明书10页

(54)发明名称

一种中药渣制备微晶纤维素的方法

(57)摘要

本发明公开了一种中药渣制备微晶纤维素的方法，包括以下步骤：a、将中药渣和蒸馏水混合，微沸，离心，得滤渣；b、碱处理：将滤渣加入氢氧化钠溶液，水浴处理，离心、洗涤沉淀至中性，收集滤渣；c、酸处理：将所得滤渣加蒸馏水，调pH至1-2，水浴处理，离心得滤渣，洗涤至中性，烘干；d、中药渣粗纤维素提取：将所得滤渣加入漂白液，水浴处理，抽滤，洗涤至中性、烘干至恒重，得到中药渣粗纤维素；e、制备微晶纤维素：将所制得的中药渣粗纤维素加入盐酸溶液进行酸水解，抽滤、洗涤至中性、烘干至恒重，制得微晶纤维素。本发明的制备方法有利于提高废弃中药渣资源的处理利用率，为微晶纤维素的生产提供了一种安全、廉价、便利的原料资源。

CN 106916231 B

1.一种中药渣制备微晶纤维素的方法，包括以下步骤：

a、以固液比1:15-1:30g/mL将中药渣和去离子水混合，微沸100-120min，离心，得滤渣；

b、碱处理：将步骤a所得滤渣以固液比1:10-1:15g/ml加入0.02-0.08g/ml氢氧化钠溶液，50-80℃水浴处理60-120min，离心并洗涤沉淀至中性，收集滤渣；

c、酸处理：将步骤b所得滤渣以固液比1:2-1:10g/ml加蒸馏水，用质量浓度为1%-5%的盐酸、硝酸、硫酸或磷酸调pH值至1-2，50-80℃水浴恒温处理60-90 min，离心得滤渣，洗涤至中性，脱水烘干；

d、中药渣粗纤维素提取：将步骤c所得滤渣以固液比1:20-1:50g/ml加入漂白液，所述漂白液为质量浓度为1%-4%的亚硫酸钠溶液和有效氯含量为3%-5%的次氯酸钠溶液等体积混合组成的混合漂白液，50-80℃水浴处理60-90 min，抽滤，洗涤至中性、脱水烘干至恒重，得到中药渣粗纤维素；

e、制微晶纤维素：将步骤d所制得的中药渣粗纤维素以固液比1:10-1:20g/ml加入质量浓度为1%-6%盐酸溶液，50-90℃水浴处理65-115min，抽滤、洗涤至中性、脱水烘干至恒重，制得微晶纤维素。

2.如权利要求1所述的中药渣制备微晶纤维素的方法，其中，所述步骤d中，所述漂白液为质量浓度为3%的亚硫酸钠溶液和有效氯含量为5%的次氯酸钠溶液等体积混合组成的混合漂白液。

3.如权利要求1所述的中药渣制备微晶纤维素的方法，其中，所述步骤e中，将步骤d所制得的中药渣粗纤维素以固液比1:12-1:16g/ml加入质量浓度为3%-5%盐酸溶液，60-80℃水浴处理65-85min，抽滤、洗涤至中性、脱水烘干至恒重，制得微晶纤维素。

4.如权利要求3所述的中药渣制备微晶纤维素的方法，其中，所述步骤e中，将步骤d所制得的中药渣粗纤维素以固液比1:14g/ml加入质量浓度为4%盐酸溶液，70℃水浴处理65min，抽滤、洗涤至中性、脱水烘干至恒重，制得微晶纤维素。

5.如权利要求4所述的中药渣制备微晶纤维素的方法，其中，所述步骤c中采用质量浓度为1%-5%的硝酸。

6.如权利要求1所述的中药渣制备微晶纤维素的方法，其中所述步骤a中，所述中药渣纤维素质量分数在15%以上。

7.如权利要求1所述的中药渣制备微晶纤维素的方法，其中，所述步骤a中，所述中药渣为麦冬、五味子、熟地黄、酒萸肉、牡丹皮、山药、茯苓、泽泻中药制剂加工后产生的中药渣。

一种中药渣制备微晶纤维素的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种制备微晶纤维素的方法，特别是涉及一种中药渣制备药用辅料和食品添加剂微晶纤维素的方法。

背景技术

[0002] 中药材是在中医理论指导下用于预防、诊断、治疗疾病或调节人体机能的药物。中药材多为植物药，也有部分动物药、矿物药及化学、生物类药。中药行业的快速发展给人们带来了经济利益，但中药渣的处理和循环利用却是一大难题。我国每年产生的中药渣产量非常大，可达几千吨之多。目前，人们对中药渣的处理并不十分环保，早期多以焚烧、填埋等有害环境和人体健康的方式处理。植物源中药渣中含有丰富的粗纤维组分，是放错地方的天然可再生资源。因此，中药渣的再利用受到越来越多的专业人士的关注，若能将庞大的中药渣资源进行转化利用和深度开发，既避免了资源的浪费又保护了环境和人体的健康。

[0003] 微晶纤维素(Microcrystalline cellulose，简称MCC)是天然植物纤维素，经稀酸水解以及多种后处理制得的，具有极限聚合度(LOOP)的产物，以β-1,4糖苷键连接而成的线型分子。微晶纤维素是可自由流动的极细微的短棒状或粉末状多孔状颗粒，颜色为白色或近白色，无臭、无味，颗粒大小一般在20-80nm，极限聚合度(LODP)在15-375。微晶纤维素的聚合度和其结晶度因其原料种类不同而存在差异，不同原料生产出的微晶纤维素的聚合度差别较大，高的在200-250之间，主要是天然精制棉生产的，低的15-30之间。微晶纤维素溶解性较差，不溶于水、稀酸、有机溶剂和油脂，在稀碱溶液中部分溶解、润涨，在羧甲基化、乙酰化、酯化过程中具有较高的反应性能。由于具有较低聚合度和较大的比表面积等特殊性质，微晶纤维素被广泛应用于医药、食品、化妆品以及轻化工行业。

[0004] 现有技术中，有人采用大豆皮、花生壳、芦苇、麦草秸秆、玉米秸秆等来制备微晶纤维素，但还未见到有关采用中药渣资源制备微晶纤维素的报道，若采用中药渣制备微晶纤维素研制成功，将为中药渣资源的深度开发利用开辟了一条新途径。

发明内容

[0005] 本发明要解决的技术问题是提供一种中药渣制备微晶纤维素的方法，充分利用中药渣资源，避免了焚烧、填埋等资源浪费和环境污染，提高了中药材加工企业废渣的有效利用，并且为新型材料微晶纤维素提供了一种成本低廉、来源便利的原料资源。

[0006] 为解决上述技术问题，本发明提供了一种中药渣制备微晶纤维素的方法，包括以下步骤：

[0007] a、以固液比1:15-1:30(g/mL)将中药渣和去离子水混合，微沸100-120min，离心，得滤渣，本发明中的微沸是指温度接近沸点，为92-95℃，液体刚处于沸腾状态，出现第一个气泡开始时；

[0008] b、碱处理：将步骤a所得滤渣以固液比1:10-1:15(g/ml)加入0.02-0.08(g/ml)氢氧化钠溶液，50-80℃水浴处理60-120min，离心并洗涤沉淀至中性，收集滤渣；

[0009] c、酸处理：将步骤b所得滤渣以固液比1:2-1:10(g/ml)加蒸馏水，用质量浓度为1%-5%的盐酸、硝酸、硫酸或磷酸调pH值至1-2，50-80℃水浴恒温处理60-90min，离心得滤渣，洗涤至中性，脱水烘干；

[0010] d、中药渣粗纤维素提取：将步骤c所得滤渣以固液比1:20-1:50(g/ml)加入漂白液，50-80℃水浴处理60-90min，抽滤，洗涤至中性、脱水烘干至恒重，得到中药渣粗纤维素；

[0011] e、制微晶纤维素：将步骤d所制得的中药渣粗纤维素以固液比1:10-1:20(g/ml)加入质量浓度为1%-6%盐酸溶液，50-90℃水浴处理65-115min，抽滤、洗涤至中性、脱水烘干至恒重，制得微晶纤维素。

[0012] 上述中药渣制备微晶纤维素的方法，其中，所述步骤d中，所述漂白液为质量浓度为2%-5%的NaOH溶液和质量分数为3%-5%的H_2O_2等体积混合组成的混合漂白液，优选为3%的NaOH溶液和质量分数为4%的H_2O_2等体积混合组成的混合漂白液。

[0013] 上述中药渣制备微晶纤维素的方法，其中，所述步骤d中，所述漂白液为质量浓度为1%-4%的亚硫酸钠溶液和有效氯含量为3%-5%的次氯酸钠溶液等体积混合组成的混合漂白液，优选为质量浓度为3%的亚硫酸钠溶液和有效氯含量为5%的次氯酸钠溶液等体积混合组成的混合漂白液。

[0014] 上述中药渣制备微晶纤维素的方法，其中，所述步骤e中，将步骤d所制得的中药渣粗纤维素以固液比1:12-1:16(g/ml)加入质量浓度为3%-5%盐酸溶液，60-80℃水浴处理65-85min，抽滤、洗涤至中性、脱水烘干至恒重，制得微晶纤维素。

[0015] 上述中药渣制备微晶纤维素的方法，其中，所述步骤e中，将步骤d所制得的中药渣粗纤维素以固液比1:14g/ml加入质量浓度为3%盐酸溶液，70℃水浴处理65min，抽滤、洗涤至中性、脱水烘干至恒重，制得微晶纤维素。

[0016] 上述中药渣制备微晶纤维素的方法，其中，所述步骤c中采用质量浓度为1-5%的硝酸。

[0017] 上述中药渣制备微晶纤维素的方法，其中所述步骤a中，所述中药渣种类不限，优选地，中药渣中的纤维素质量分数在15%以上。

[0018] 上述中药渣制备微晶纤维素的方法，其中，所述步骤a中，所述中药渣为麦冬、五味子、熟地黄、酒萸肉、牡丹皮、山药、茯苓、泽泻等中药制剂加工后产生的中药渣。

[0019] 上述中药渣制备微晶纤维素的方法，其中，所述步骤a中，所述中药渣为肉桂、附子(制)、熟地黄、山茱萸(制)等中药制剂加工后产生的中药渣。

[0020] 本发明的中药渣制备微晶纤维素的方法具有如下有益效果：

[0021] 1、本发明采用中药渣为原料制备微晶纤维素，充分利用了中药渣资源，避免了焚烧、填埋等资源浪费和环境污染，提高了中药材加工企业废渣的有效利用，并且为新型材料微晶纤维素提供了一种安全、廉价、便利的原料资源；

[0022] 2、本发明制得微晶纤维素纯度可达98%以上，聚合度在220-270之间，粒径大小适中，测得各项指标均符合《中国药典》微晶纤维素质量标准，可以用于医药领域，并且本发明制得微晶纤维素也符合GB1886.103-2015国标，也可以适用于食品添加剂行业；

[0023] 3、本发明的制备方法中采用先碱后酸的处理工艺制备微晶纤维素，显著提升了微晶纤维素的纯度和白度，并且节约了大量水资源；

[0024] 4、本发明的制备方法中采用混合漂白剂，同采用单一的漂白剂相比，能够显著提

升制得的微晶纤维素的得率、纯度和白度，并且缩短了漂白时间。

[0025] 5、本发明的微晶纤维素的制备方法简单，易于操作，绿色环保。

具体实施方式

[0026] 下面结合实施例详细描述本发明。

[0027] 下述实施例和对比例中的中药渣由兰州太宝药业有限公司提供，中药渣为麦冬、五味子、熟地黄、酒萸肉、牡丹皮、山药、茯苓、泽泻等中药材加工后形成的中药渣，纤维素质量分数为30％以上。

[0028] 实施例1

[0029] a、称取10g中药渣于消煮瓶中，以固液比1:20g/mL将中药渣和去离子水混合，即1g中药渣加入20ml去离子水，微沸120min，3500r/min离心10min，得滤渣；

[0030] b、碱处理：将步骤a所得滤渣以固液比1:10g/ml加入0.04g/ml氢氧化钠溶液，60℃水浴处理100min，离心得滤渣，洗涤沉淀至中性，收集滤渣；

[0031] c、酸处理：将步骤b所得滤渣以固液比1:10g/ml加蒸馏水，用质量浓度为3％的盐酸调pH值至1.5，80℃水浴恒温处理60min，离心得滤渣，洗涤至中性，脱水烘干；

[0032] d、中药渣粗纤维素提取：将步骤c所得滤渣以固液比1:40g/ml加入漂白液，漂白液为质量浓度为3％的亚硫酸钠溶液和有效氯含量为5％的次氯酸钠溶液等体积混合组成的混合漂白液，80℃水浴处理60min，抽滤，洗涤至中性、脱水烘干至恒重，得到中药渣粗纤维素；

[0033] e、制微晶纤维素：将步骤d所制得的中药渣粗纤维素以固液比1:14g/ml加入质量浓度为4％盐酸溶液，70℃水浴处理65min，抽滤、洗涤至中性、脱水烘干至恒重，制得微晶纤维素。

[0034] 本实施例制得的微晶纤维素的得率为35.43％，纯度为98.77％，白度为92.51，聚合度为256.43。

[0035] 实施例2

[0036] a、称取10g中药渣于消煮瓶中，以固液比1:15g/mL将中药渣和去离子水混合，即1g中药渣加入15ml去离子水，微沸120min，3500r/min离心5min，得滤渣；

[0037] b、碱处理：将步骤a所得滤渣以固液比1:15g/ml加入0.08g/ml氢氧化钠溶液，80℃水浴处理60min，离心得滤渣，洗涤沉淀至中性，收集滤渣；

[0038] c、酸处理：将步骤b所得滤渣以固液比1:2g/ml加蒸馏水，用质量浓度为5％的硫酸调pH值至1，60℃水浴恒温处理80min，离心得滤渣，洗涤至中性，脱水烘干；

[0039] d、中药渣粗纤维素提取：将步骤c所得滤渣以固液比1:20g/ml加入漂白液，漂白液为3％的亚硫酸钠溶液和有效氯含量为5％的次氯酸钠溶液等体积混合组成的混合漂白液，60℃水浴处理80min，抽滤，洗涤至中性、脱水烘干至恒重，得到中药渣粗纤维素；

[0040] e、制微晶纤维素：将步骤d所制得的中药渣粗纤维素以固液比1:10g/ml加入质量浓度为4％盐酸溶液，70℃水浴处理75min，抽滤、洗涤至中性、脱水烘干至恒重，制得微晶纤维素。

[0041] 本实施例制得的微晶纤维素的得率为36.33％，纯度98.94％，白度为91.23，聚合度为269.47。

[0042] 实施例3

[0043] a、称取10g中药渣于消煮瓶中，以固液比1:30g/mL将中药渣和去离子水混合，即1g中药渣加入30ml去离子水，微沸100min，3000r/min离心20min，得滤渣；

[0044] b、碱处理：将步骤a所得滤渣以固液比1:12g/ml加入0.02g/ml氢氧化钠溶液，50℃水浴处理120min，离心得滤渣，洗涤沉淀至中性，收集滤渣；

[0045] c、酸处理：将步骤b所得滤渣以固液比1:5g/ml加蒸馏水，用质量浓度为5％的磷酸调pH值至2，50℃水浴恒温处理90min，离心得滤渣，洗涤至中性，脱水烘干；

[0046] d、中药渣粗纤维素提取：将步骤c所得滤渣以固液比1:50g/ml加入漂白液，漂白液为质量浓度为1％的亚硫酸钠溶液和有效氯含量为3％的次氯酸钠溶液等体积混合组成的混合漂白液，50℃水浴处理90min，抽滤，洗涤至中性、脱水烘干至恒重，得到中药渣粗纤维素；

[0047] e、制微晶纤维素：将步骤d所制得的中药渣粗纤维素以固液比1:14g/ml加入质量浓度为3％盐酸溶液，60℃水浴处理75min，抽滤、洗涤至中性、脱水烘干至恒重，制得微晶纤维素。

[0048] 本实施例制得的微晶纤维素的得率为39.55％，纯度98.55％，白度90.63，聚合度为249.28。

[0049] 实施例4

[0050] a、称取10g中药渣于消煮瓶中，以固液比1:20g/mL将中药渣和去离子水混合，即1g中药渣加入20ml去离子水，微沸120min，3500r/min离心10min，得滤渣；

[0051] b、碱处理：将步骤a所得滤渣以固液比1:12g/ml加入0.04g/ml氢氧化钠溶液，60℃水浴处理100min，离心得滤渣，洗涤沉淀至中性，收集滤渣；

[0052] c、酸处理：将步骤b所得滤渣以固液比1:8g/ml加蒸馏水，用质量浓度为3％的硝酸调pH值至1.5，80℃水浴恒温处理60min，离心得滤渣，洗涤至中性，脱水烘干；

[0053] d、中药渣粗纤维素提取：将步骤c所得滤渣以固液比1:25g/ml加入漂白液，漂白液为质量浓度为3％亚硫酸钠溶液和有效氯含量为5％的次氯酸钠溶液等体积混合组成的混合漂白液，80℃水浴处理60min，抽滤，洗涤至中性、脱水烘干至恒重，得到中药渣粗纤维素；

[0054] e、制微晶纤维素：将步骤d所制得的中药渣粗纤维素以固液比1:14g/ml加入质量浓度为4％盐酸溶液，70℃水浴处理65min，抽滤、洗涤至中性、脱水烘干至恒重，制得微晶纤维素。

[0055] 本实施例制得的微晶纤维素的得率为41.63％，纯度98.93％，白度93.34，聚合度为253.15。

[0056] 实施例5

[0057] a、称取10g中药渣于消煮瓶中，以固液比1:20g/mL将中药渣和去离子水混合，即1g中药渣加入20ml去离子水，微沸120min，3500r/min离心10min，得滤渣；

[0058] b、碱处理：将步骤a所得滤渣以固液比1:12g/ml加入0.04g/ml氢氧化钠溶液，60℃水浴处理100min，离心得滤渣，洗涤沉淀至中性，收集滤渣；

[0059] c、酸处理：将步骤b所得滤渣以固液比1:8g/ml加蒸馏水，用质量浓度为3％的硝酸调pH值至1.5，80℃水浴恒温处理60min，离心得滤渣，洗涤至中性，脱水烘干；

[0060] d、中药渣粗纤维素提取：将步骤c所得滤渣以固液比1:25g/ml加入漂白液，漂白液

为质量浓度为4％亚硫酸钠溶液和有效氯含量为4％的次氯酸钠溶液等体积混合组成的混合漂白液，80℃水浴处理60min，抽滤，洗涤至中性、脱水烘干至恒重，得到中药渣粗纤维素；

[0061] e、制微晶纤维素：将步骤d所制得的中药渣粗纤维素以固液比1:12g/ml加入质量浓度为5％盐酸溶液，70℃水浴处理85min，抽滤、洗涤至中性、脱水烘干至恒重，制得微晶纤维素。

[0062] 本实施例制得的微晶纤维素的得率为40.05％，纯度98.53％，白度91.67，聚合度为263.14。

[0063] 实施例6

[0064] a、称取10g中药渣于消煮瓶中，以固液比1:20g/mL将中药渣和去离子水混合，即1g中药渣加入20ml去离子水，微沸120min，3500r/min离心10min，得滤渣；

[0065] b、碱处理：将步骤a所得滤渣以固液比1:12g/ml加入0.04g/ml氢氧化钠溶液，60℃水浴处理100min，离心得滤渣，洗涤沉淀至中性，收集滤渣；

[0066] c、酸处理：将步骤b所得滤渣以固液比1:8g/ml加蒸馏水，用质量浓度为5％的硝酸调pH值至1.5，80℃水浴恒温处理60min，离心得滤渣，洗涤至中性，脱水烘干；

[0067] d、中药渣粗纤维素提取：将步骤c所得滤渣以固液比1:25g/ml加入漂白液，漂白液为质量浓度为3％的NaOH溶液和质量分数为4％的H_2O_2等体积混合组成的混合漂白液，80℃水浴处理90min，抽滤，洗涤至中性、脱水烘干至恒重，得到中药渣粗纤维素；

[0068] e、制微晶纤维素：将步骤d所制得的中药渣粗纤维素以固液比1:14g/ml加入质量浓度为4％盐酸溶液，70℃水浴处理65min，抽滤、洗涤至中性、脱水烘干至恒重，制得微晶纤维素。

[0069] 本实施例制得的微晶纤维素的得率为36.4％，纯度98.48％，白度93.53，聚合度为247.29。

[0070] 实施例7

[0071] a、称取10g中药渣于消煮瓶中，以固液比1:20g/mL将中药渣和去离子水混合，即1g中药渣加入20ml去离子水，微沸120min，3500r/min离心10min，得滤渣；

[0072] b、碱处理：将步骤a所得滤渣以固液比1:12g/ml加入0.04g/ml氢氧化钠溶液，60℃水浴处理100min，离心得滤渣，洗涤沉淀至中性，收集滤渣；

[0073] c、酸处理：将步骤b所得滤渣以固液比1:8g/ml加蒸馏水，用质量浓度为1％的硝酸调pH值至1.5，80℃水浴恒温处理60min，离心得滤渣，洗涤至中性，脱水烘干；

[0074] d、中药渣粗纤维素提取：将步骤c所得滤渣以固液比1:25g/ml加入漂白液，漂白液为质量浓度为4％的NaOH溶液和质量分数为4％的H_2O_2等体积混合组成的混合漂白液，80℃水浴处理90min，抽滤，洗涤至中性、脱水烘干至恒重，得到中药渣粗纤维素；

[0075] e、制微晶纤维素：将步骤d所制得的中药渣粗纤维素以固液比1:20g/ml加入质量浓度为4％盐酸溶液，80℃水浴处理65min，抽滤、洗涤至中性、脱水烘干至恒重，制得微晶纤维素。

[0076] 本实施例制得的微晶纤维素的得率为34.36％，纯度98.31％，白度92.13，聚合度为241.11。

[0077] 实施例8

[0078] a、称取10g中药渣于消煮瓶中，以固液比1:20g/mL将中药渣和去离子水混合，即1g

中药渣加入20ml去离子水，微沸120min，3500r/min离心10min，得滤渣；

[0079] b、碱处理：将步骤a所得滤渣以固液比1:12g/ml加入0.04g/ml氢氧化钠溶液，60℃水浴处理100min，离心得滤渣，洗涤沉淀至中性，收集滤渣；

[0080] c、酸处理：将步骤b所得滤渣以固液比1:8g/ml加蒸馏水，用质量浓度为5％的硝酸调pH值至1.5，80℃水浴恒温处理60min，离心得滤渣，洗涤至中性，脱水烘干；

[0081] d、中药渣粗纤维素提取：将步骤c所得滤渣以固液比1:25g/ml加入漂白液，漂白液为质量浓度为2％的NaOH溶液和质量分数为5％的H_2O_2等体积混合组成的混合漂白液，80℃水浴处理90min，抽滤，洗涤至中性、脱水烘干至恒重，得到中药渣粗纤维素；

[0082] e、制微晶纤维素：将步骤d所制得的中药渣粗纤维素以固液比1:14g/ml加入质量浓度为6％盐酸溶液，50℃水浴处理115min，抽滤、洗涤至中性、脱水烘干至恒重，制得微晶纤维素。

[0083] 本实施例制得的微晶纤维素的得率为32.32％，纯度97.39％，白度92.33，聚合度为227.22。

[0084] 实施例9

[0085] a、称取10g中药渣于消煮瓶中，以固液比1:20g/mL将中药渣和去离子水混合，即1g中药渣加入20ml去离子水，微沸120min，3500r/min离心10min，得滤渣；

[0086] b、碱处理：将步骤a所得滤渣以固液比1:12g/ml加入0.04g/ml氢氧化钠溶液，60℃水浴处理100min，离心得滤渣，洗涤沉淀至中性，收集滤渣；

[0087] c、酸处理：将步骤b所得滤渣以固液比1:8g/ml加蒸馏水，用质量浓度为3％的硝酸调pH值至1.5，80℃水浴恒温处理60min，离心得滤渣，洗涤至中性，脱水烘干；

[0088] d、中药渣粗纤维素提取：将步骤c所得滤渣以固液比1:25g/ml加入漂白液，漂白液为质量浓度为5％的NaOH溶液和质量分数为3％的H_2O_2等体积混合组成的混合漂白液，80℃水浴处理90min，抽滤，洗涤至中性、脱水烘干至恒重，得到中药渣粗纤维素；

[0089] e、制微晶纤维素：将步骤d所制得的中药渣粗纤维素以固液比1:16g/ml加入质量浓度为1％盐酸溶液，100℃水浴处理85min，抽滤、洗涤至中性、脱水烘干至恒重，制得微晶纤维素。

[0090] 本实施例制得的微晶纤维素的得率为34.13％，纯度98.41％，白度90.16，聚合度为260.77。

[0091] 对比例1

[0092] 对比例1与实施例1的微晶纤维素的制备方法相同，不同之处在于步骤b和步骤c的处理顺序不同，对比例1先进行盐酸处理，之后进行碱处理，即制备步骤为a、c、b、d和e。制得的粗纤维素和微晶纤维素得率、纯度和白度对比如表1。

[0093] 表1

[0094]

	粗纤维素得率	微晶纤维素得率	粗纤维素纯度	微晶纤维素纯度	粗纤维素白度	微晶纤维素白度
实施例 1	36.23%	35.43%	83.28%	98.77%	77.67	92.51
对比例 1	36.70%	35.89%	77.01%	95.04%	66.94	89.37

[0095] 对比例2

[0096] 对比例2与实施例2的微晶纤维素的制备方法相同，不同之处在于步骤b和步骤c的处理顺序不同，对比例2先进行硫酸处理，之后进行碱处理，即制备步骤为a、c、b、d和e。制得的粗纤维素和微晶纤维素得率、纯度和白度对比如表2。

[0097] 表2

[0098]

	粗纤维素得率	微晶纤维素得率	粗纤维素纯度	微晶纤维素纯度	粗纤维素白度	微晶纤维素白度
实施例 2	37.15%	36.33%	82.10%	98.94%	82.10	91.23
对比例 2	35.88%	35.11%	77.85%	95.90%	77.85	86.24

[0099] 对比例3

[0100] 对比例3与实施例4的微晶纤维素的制备方法相同，不同之处在于步骤b和步骤c的处理顺序不同，对比例3先进行硝酸处理，之后进行碱处理，即制备步骤为a、c、b、d和e。制得的粗纤维素和微晶纤维素得率、纯度和白度对比如表3。

[0101] 表3

[0102]

	粗纤维素得率	微晶纤维素得率	粗纤维素纯度	微晶纤维素纯度	粗纤维素白度	微晶纤维素白度
实施例 4	42.26%	41.63%	80.92%	98.93%	79.5	93.34
对比例 3	37.80%	36.53%	77.19%	89.8%	67.48	88.37

[0103] 通过表1、表2和表3可知，实施例1、2和4的微晶纤维素制备方法中先采用碱处理，之后采用酸处理，同对比例1、2和3的微晶纤维素制备方法中先采用酸处理后采用碱处理相比，实施例1、2和4获得的粗纤维素和微晶纤维素的纯度和白度均明显好于对应的对比例1、2和3中获得的粗纤维素和微晶纤维素，在得率方面，实施例2和4获得的粗纤维素和微晶纤维素的得率也优于相对应的对比例2和3中获得的粗纤维素和微晶纤维素，实施例1获得的粗纤维素和微晶纤维素的得率与对比例1获得的粗纤维素和微晶纤维素的得率基本相同。对比实验表明，对于酸处理采用硝酸或硫酸而言，先进行碱处理后进行酸处理获得的粗纤

维素、微晶纤维素在提取得率、纯度以及白度上均高于先进行酸处理后进行碱处理的结果，对于盐酸而言，酸碱先后顺序对其粗纤维素、微晶纤维素的得率影响不大，但先进行碱处理后进行盐酸处理的粗纤维素、微晶纤维素的纯度和白度明显高于先盐酸处理后碱处理的制备方法。

[0104] 在本发明的方法中，由于中药渣粉末粒径很小，如果采用先酸后碱处理，在碱处理后，因为碱溶胀原因，处理液用离心处理时，需要离心多次，浪费时间，并且，不能充分的使滤渣呈中性，而清洗掉残留的碱需要消耗大量的水资源，相反若洗不干净，残留的碱还会对微晶纤维素制备过程中的酸水解步骤产生不良的影响。本发明中采用先碱后酸处理，加入无机酸可中和溶液中残留碱，避免了采用大量水进行清洗，节约资源。申请人在实验中发现，纤维素的化学反应主要是其分子上三个活性羟基的反应，由于其多层次结构，大量羟基被封闭在结晶区，化学试剂很难穿透进入。首先进行碱处理有利碱液与木质素、半纤维素等组分发生反应，因为碱能消除木质素-碳水化合物复合体的酯键，选择性溶解和脱除中药材中的半纤维素和木质素，充分暴露出纤维素的纤丝结构，提高纤维素的可降解性。另一方面，由于碱能水解纤维素的无定形区，使无定形区的纤维素发生剥皮反应，并对纤维素结晶区的溶胀作用，结晶区封闭结构被打开，改变了原先封闭的中药材木质纤维结构。经过碱处理后，尽管不能完全除掉中药材样品中的半纤维素，但半纤维素相较纤维素而言更容易被无机酸水解，变成单糖，所以先进行碱处理再用酸调节PH，可以将未除尽的半纤维素去除干净，而不对纤维素结构产生大的破坏，提高了粗纤维产品的纯度。另外，在微晶纤维素的制备过程中，若采用先酸后碱的处理方法，酸会对纤维的色泽有较大影响，这是由于色素物质氧化后与纤维微细结构结合更加紧密，影响了中药渣纤维素的色泽。粗纤维的颜色加深必然影响后面的漂白效果，并且会影响碱对半纤维素和木质素的去除效果，降低微晶纤维素的纯度，而且这种色素氧化后的物质与纤维微细结构结合的越紧密，对后面微晶纤维素的制备过程中酸对纤维素的水解作用产生的阻碍作用也就越大。因此，本发明中采用先碱处理后酸处理的工艺方法制备微晶纤维素，显著提升了微晶纤维素的纯度和白度，并且节约了大量水资源。

[0105] 对比例4

[0106] 对比例4与实施例4的微晶纤维素的制备方法相同，不同之处在于步骤d中采用的漂白液为单一漂白剂有效氯含量为5％的次氯酸钠溶液，80℃水浴处理120min。

[0107] 对比例5

[0108] 对比例5与实施例4的微晶纤维素的制备方法相同，不同之处在于步骤d中采用的漂白液为单一漂白剂质量浓度为3％的亚硫酸钠溶液，80℃水浴处理120min。

[0109] 实施例4、对比例4和对比例5制得的粗纤维素和微晶纤维素对比如表4。

[0110] 表4

[0111]

	粗纤维素白度	微晶纤维素白度	微晶纤维素得率	微晶纤维素纯度
实施例 4	79.5	93.34	41.63%	98.93%
对比例 4	65.5	86.85	32.44%	87.61%
对比例 5	41.73	78.75	36.99%	91.83%

[0112] 通过表4对比可知，实施例4中采用亚硫酸钠和次氯酸钠溶液混合而成的混合漂白剂，制得的粗纤维和微晶纤维素的白度均明显好于采用单一漂白剂的对比例4和对比例5，并且实施例4最终制得的微晶纤维素的得率和纯度也明显优于对比例4和对比例5。实施例4中混合漂白剂处理的时间为60min，而对比例4和5中单一漂白剂处理的时间为120min。本发明中采用由亚硫酸钠和次氯酸钠混合组成的混合漂白剂能够显著提高制得的微晶纤维素的得率、纯度和白度，并且缩短了漂白时间，明显优于采用单一漂白剂次氯酸钠或亚硫酸钠。

[0113] 对比例6

[0114] 对比例6与实施例6的微晶纤维素的制备方法相同，不同之处在于步骤d中采用的漂白液为单一漂白剂质量分数为4％的H_2O_2，80℃水浴处理120min。

[0115] 实施例6和对比例6制得的粗纤维素和微晶纤维素对比如表5。

[0116] 表5

[0117]

	粗纤维素白度	微晶纤维素白度	微晶纤维素得率	微晶纤维素纯度
实施例 6	66.16	93.53	36.4%	98.48%
对比例 6	49.44	82.44	26.8%	87.76%

[0118] 通过表5对比可知，实施例6中采用氢氧化钠溶液和双氧水混合而成的混合漂白剂，制得粗纤维素和微晶纤维素的白度均明显好于对比例6中采用的单一漂白剂双氧水，制得微晶纤维素的纯度和得率也明显优于对比例6中采用的单一漂白剂双氧水，并且实施例6中采用漂白剂处理的时间为90min，而对比例6中采用的漂白时间为120min。本发明中采用氢氧化钠和双氧水组成的混合漂白剂，能够显著提升制得的微晶纤维素的得率、纯度和白度，并且缩短了漂白时间，明显优于采用单一漂白剂双氧水。

[0119] 按照国标将实施例4制备得到的微晶纤维素样品质量指标进行分析，如表6所示，制备的中药渣微晶纤维素符合国标要求。

[0120] 表6中药渣制备食品添加剂MCC的质量分析

[0121]

项目	本样品形状指标	国标要求	检验方法
色泽状态	白色或近乎白色、细小粉末	白色或近乎白色细小粉末	取适量试样置于清洁干燥的白瓷盘中，自然光下观察色泽和状态
碳水化合物（w%）	99.34	以纤维素计：97.0-102.0	重铬酸钾溶液（0.5mol/L）；硫酸亚铁铵（0.1mol/L）标准溶液滴定测定
pH	6.1-6.2	5.0-7.5	GB/T 9724 测定
干燥减量（w%）	6.3-6.5	≤7.0	GB5009.3 直接干燥法
灼烧残渣（w%）	0.02-0.03	≤0.05	GB/T 9741
水溶物（w%）	0.20-0.22	≤0.24	水溶液蒸发，105℃干燥

[0122]

铅（mg/kg）	0.8	≤2.0	GB5009.12