



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102989195 A

(43) 申请公布日 2013. 03. 27

(21) 申请号 201210464620. 1

(22) 申请日 2012. 11. 03

(71) 申请人 绵阳市华神空气动力技术应用厂
地址 622762 四川省绵阳市北川县羌族自治县永安镇

(72) 发明人 张军 左金 叶坤 谭盛峰 刘翔
高鹏

(51) Int. Cl.

B01D 11/02(2006. 01)

B01J 19/12(2006. 01)

F26B 7/00(2006. 01)

F26B 9/06(2006. 01)

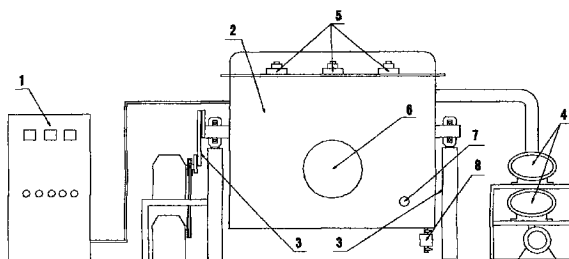
权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

(54) 发明名称

天然产物中有效成分的提取干燥方法及装置

(57) 摘要

本发明公开了一种天然产物中有效成分的提取干燥方法及装置,属于精细化工技术领域。方法包括以下步骤 A. 装料:由料口将原料与溶剂混合后装入干燥室;B. 控制真空度;C. 物料翻转:开动曲柄连杆机构运转,使干燥室前后 45° 翻转;D. 功率控制;E. 温度控制;F. 关机:关闭真空泵和微波磁控管,开启排水口排水;G. 取料:打开料口,取出成品物料。装置包括控制系统、干燥室、料口、排水口和真空泵,干燥室下部连接有曲柄连杆机构。本发明能够实现生产过程全密闭,无污染,产品营养成分无损失。缩短了工艺流程,降低了能耗。产品营养成分无损失,改善了产品品质、提高了资源利用率,降低了生产成本。有效成分利用率达到 80% 以上。有效成分提取率达到 95% 以上,产品含水率 < 7%。



1. 一种天然产物中有效成分的提取干燥方法,其特征在于,包括以下步骤:
 - A. 装料:由料口(6)将原料与溶剂混合后装入干燥室(2);
 - B. 控制真空度:开启真空泵(4),调整干燥室(2)的真空度为1.5-2.5kPa;
 - C. 物料翻转:开动曲柄连杆机构(3)运转,使干燥室(2)前后45°翻转;
 - D. 功率控制:开启微波磁控管(5)在1-9KW范围工作;
 - E. 温度控制:控制干燥室(2)中温度在40℃以下;
 - F. 关机:设定运行时间达1-1.5小时后,关闭真空泵(4)和微波磁控管(5),开启排水口(8)排水;
 - G. 取料:打开料口(6),取出成品物料。
2. 一种天然产物中有效成分的提取干燥装置,包括控制系统(1)、干燥室(2)、料口(6)、排水口(8)和真空泵(4),其特征在于,干燥室(2)下部连接有曲柄连杆机构(3);干燥室(2)与真空泵(4)连接;干燥室(2)顶部设有9个微波磁控管(5);干燥室(2)中设有温度传感器(7),与控制系统(1)电联接。

天然产物中有效成分的提取干燥方法及装置

所属技术领域

[0001] 本发明涉及精细化工,尤其是天然产物中有效成分的提取,属于精细化工技术领域。

背景技术

[0002] 目前,天然产物中化学成分的提取是一件耗时、耗能又费溶剂的工艺。目前传统的提取方法有溶剂提取法和水蒸气蒸馏法等,他们均存在被提成分损失大,周期长,工序多,提取率不高等缺点,特别是在中草药有效成分提取过程中已暴露出许多缺点;而首要关键问题是中药提取工艺。传统上,天然产物的干燥一般采用热风干燥法、喷雾干燥法和冷冻干燥法等。热风干燥法使用的温度高,被干燥产品的营养损失较大,还存在干燥时间长,占地面积大等缺点。喷雾干燥所需干燥时间较长,耗能高,其产品成本较高,而且产量较低。冷冻干燥不仅设备昂贵,且操作费用高(需要维持 -25°C 的低温,干燥时间20h左右),生产能力也有限。

[0003] 传统上,天然植物的干燥一般采用热风干燥法、喷雾干燥法和冷冻干燥法等。超细化加工采用机械式、振动式、球磨式等。由于热风干燥法使用的温度高,使被干燥产品的营养损失较大,还有干燥时间长,占地面积大等缺点。喷雾干燥所需干燥时间较长,耗能高,其产品成本较高,而且产量较低。冷冻干燥不仅设备昂贵,且操作费用高(需要维持 -25°C 的低温,干燥时间20h左右),生产能力也有限。同时,传统的超细化加工方式由于运转时温度高,磨损大,会造成对产品的二次污染,在粉末的粒度、出粉率、收粉率以及有效成分的保存等多方面都有一定局限性。

[0004] 微波提取作为一种新型技术,与传统提取方法相比,具有时间短、不需加热、提取液中杂质少等优点,已广泛应用于从植物药材中提取生物碱类、有机酸、萜类、蒽醌类、黄酮类、皂苷类、多糖、挥发油和色素等活性成分。微波真空干燥果蔬制品,其色香味及热敏性成分的保留率十分接近冷冻干燥,但质构较硬,与冷冻干燥有一定的差距,干燥时间和生产成本可大幅度降低。但目前没有将微波干燥和微波提取工艺同时进行的方法和设备,物料的干燥和提取需分别进行,能耗高,工艺过程长,效率低。

发明内容

[0005] 针对上述问题,本发明提供一种天然产物有效成分的微波提取和低温干燥同时进行的方法及装置。

[0006] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是:

[0007] 天然产物中有效成分的提取干燥方法,包括以下步骤:

[0008] A. 装料:由料口将原料与溶剂混合后装入干燥室;

[0009] B. 控制真空度:开启真空泵,调整干燥室的真空度为 $1.5-2.5\text{kPa}$;

[0010] C. 物料翻转:开动曲柄连杆机构运转,使干燥室前后 45° 翻转;

[0011] D. 功率控制:开启微波磁控管在 $1-9\text{KW}$ 范围工作;

- [0012] E. 温度控制 :控制干燥室中温度在 40℃ 以下 ;
- [0013] F. 关机 :设定运行时间达 1-1.5 小时后,关闭真空泵和微波磁控管,开启排水口排水 ;
- [0014] G. 取料 :打开料口,取出成品物料。
- [0015] 天然产物中有效成分的提取干燥装置,包括控制系统、干燥室、料口、排水口和真空泵,干燥室下部连接有曲柄连杆机构 ;干燥室与真空泵连接 ;干燥室顶部设有 9 个微波磁控管 ;干燥室中设有温度传感器,与控制系统电联接。
- [0016] 本发明的有益效果是,能够实现对天然产物的微波提取和低温干燥联合作业,使之成为一体化加工设备,生产过程全密闭,无污染,产品营养成分无损失。缩短了工艺流程,降低了能耗。生产出来的产品营养成分无损失,改善了产品的品质、提高了资源的利用率,降低了生产成本。微波提取法的提取率是超声法的 1.15 倍,是索氏提取法的 1.32 倍,有效成分利用率达到 80% 以上。有效成分提取率达到 95% 以上,产品含水率 < 7%。方法具有提取和干燥速度快、温度低及效率高的优点,能广泛应用于食品、医药、化工行业中物料的提取和干燥。

附图说明

- [0017] 图 1 是本发明微波提取、干燥装置结构示意图 ;
- [0018] 图 2 是图 1 左视图 ;
- [0019] 图中零部件及编号 :
- [0020] 1- 控制系统,2- 物料提取与干燥器,3- 曲柄连杆机构,4- 真空泵,
- [0021] 5- 微波源,6- 物料进口与出口,7- 温度传感器,8- 排水口。

具体实施方式

- [0022] 下面结合实施例对本发明进一步说明。
- [0023] 参见图 1、2,天然产物中有效成分的提取干燥方法,包括以下步骤 :
- [0024] A. 装料 :由料口 6 将原料与溶剂混合后装入干燥室 2 ;
- [0025] B. 控制真空度 :开启真空泵 4,调整干燥室 2 的真空度为 1.5-2.5kPa ;
- [0026] C. 物料翻转 :开动曲柄连杆机构 3 运转,使干燥室 2 前后 45° 翻转 ;
- [0027] D. 功率控制 :开启微波磁控管 5 在 1-9KW 范围工作 ;
- [0028] E. 温度控制 :控制干燥室 2 中温度在 40℃ 以下 ;
- [0029] F. 关机 :设定运行时间达 1-1.5 小时后,关闭真空泵 4 和微波磁控管 5,开启排水口 8 排水 ;
- [0030] G. 取料 :打开料口 6,取出成品物料。
- [0031] 天然产物中有效成分的提取干燥装置,包括控制系统 1、干燥室 2、料口 6、排水口 8 和真空泵 4,干燥室 2 下部连接有曲柄连杆机构 3 ;干燥室 2 与真空泵 4 连接 ;干燥室 2 顶部设有 9 个微波磁控管 5 ;干燥室 2 中设有温度传感器 7,与控制系统 1 电联接。
- [0032] 干燥室 2 为放置需要提取和干燥物料的圆柱形腔体 ;在干燥室 2 的顶部设有一组共 9 个微波磁控管 5,利用磁控管产生的辐射波在真空条件下加热天然产物,达到提取的目的,针对不同的物料特性,通过开启不同数量的微波磁控管 5 来控制微波的功率以便于提

取和干燥；干燥室 2 的下部设有料口 6、温度传感器 7，通过温度传感器 7 可以随时监控物料提取与干燥室 2 内的温度；干燥室 2 的底部设有排水口 8。真空泵 4 位于物料提取与干燥室 2 的后端，通过管道与干燥室 2 连接，通过真空泵 4 来控制物料提取与干燥室 2 内的真空度；干燥室 2 的底座为曲柄连杆机构 3，其具体结构参见图 2，通过曲柄连杆机构 3 实现干燥室 2 的前后 45 度翻转。

[0033] 微波加热的方式是能量直接作用于被加热物质，空气及容器对微波基本上不吸收和反射，从根本上保证了能量的快速传导和充分利用。微波透过对微波透明的溶剂，到达植物物料内部维管束和腺细胞内，细胞内温度突然升高，连续的高温使其内部压力超过细胞空间膨胀的能力，从而导致细胞破裂；细胞内的物质自由流出，传递到周围被溶解并释放出胞内产物，达到提取的目的。

[0034] 本方法选择的微波频率为 2450MHz，微波功率为 1-9KW，真空度为 1.5-2.5kPa，这时水的汽化温度是 20℃。同时，在干燥过程中，将微波功率随着物料的干燥程度作自动调节，将物料温度控制在设定温度的 ±2 度范围内，从而保障成品的质量。

[0035] 实施方式一：

[0036] 应用本发明对蜂胶中的总黄酮进行真空微波辅助溶剂提取。

[0037] 取 10g 蜂胶样品，精密称量后置于平底烧瓶中，加入 70% 乙醇 500ml，打开料口 6，将平底烧瓶置于物料提取与干燥室 2 内，关闭料口 6 后开启真空泵 4，将真空度控制在 2kPa，开启 3 个微波磁控管 5，调整微波功率为 3KW，开始对蜂胶进行提取，提取过程中通过温度传感器 7 监控到物料提取与干燥室 2 内的温度为 40 度，微波连续照射时间为 6 分钟，打开料口 6，收集滤液，静置 12 小时后将滤液过滤洗涤，分离残渣，再放入物料提取与干燥室 2，经过真空干燥 10 分钟，打开排水口 8，收集产物。提取与干燥完成，经过检测，用本方法提取的总黄酮提取率达到 96%。

[0038] 实施方式二：

[0039] 应用本发明对槐米中的芦丁进行真空微波辅助溶剂提取。

[0040] 取 100g 槐米，精密称量后置于容器中，加入 90% 乙醇 5000ml，打开物料进口 6，将容器置于物料提取与干燥室 2 内，关闭物料进口 6 后开启真空泵 4，将真空度控制在 2kPa，开启 6 个微波磁控管 5，调整微波功率为 6KW，开始对槐米进行提取，提取过程中通过温度传感器 7 监控到物料提取与干燥室 2 内的温度为 40 度，微波连续照射时间为 10 分钟，打开料口 6，收集滤液，静置 12 小时后将滤液过滤洗涤，分离残渣，再放入物料提取与干燥室 2，经过真空干燥 10 分钟，打开排水口 8，收集产物。提取与干燥完成，经过检测，用本方法提取的芦丁提取率达到 96.5%。

[0041] 实施方式三：

[0042] 应用本发明对金银花中的绿原酸进行真空微波辅助溶剂提取。

[0043] 取 100g 金银花粉末，精密称量后置于容器中，加入 35% 乙醇 5000ml，打开料口 6，将容器置于物料提取与干燥室 2 内，关闭料口 6 后开启真空泵 4，将真空度控制在 2kPa，开启 6 个微波磁控管 5，调整微波功率为 6KW，开始对金银花进行提取，提取过程中通过温度传感器 7 监控到物料提取与干燥室 2 内的温度为 40 度，微波连续照射时间为 10 分钟，打开料口 6，收集滤液，静置 12 小时后将滤液过滤洗涤，分离残渣，再放入物料提取与干燥室 2，经过真空干燥 10 分钟，打开排水口 8，收集产物。提取与干燥完成，经过检测，用本方法提取的

绿原酸提取率达到 90.2%。

[0044] 实施方式四：

[0045] 应用本发明对天然油菜蜂花粉中进行低温真空干燥。

[0046] 取 30kg 天然油菜蜂花粉,准确称量,此时通过测定知道其含水量为 15.3%,打开料口 6,将天然油菜蜂花粉置于物料提取与干燥室 2 内,关闭料口 6 后开启真空泵 4,将真空度控制在 2kPa,开启 9 个微波磁控管 5,调整微波功率为 9KW,开启曲柄连杆机构 3,调整其摆动频率为 10 次 /min,开始对天然油菜蜂花粉进行低温真空干燥,此时水的汽化温度是 20℃,干燥过程中通过温度传感器 7 监控到物料提取与干燥室 2 内的温度为 40 度,微波连续照射时间为 15 分钟,打开排水口 8,打开料口 6,收集产物。干燥完成,经过检测,用本方法干燥后的天然油菜蜂花粉其含水量为 6.5%。

[0047] 实施方式五：

[0048] 应用本发明对天然蜂蜜中进行低温真空干燥。

[0049] 取 30kg 天然蜂蜜,准确称量,此时通过测定知道其波美度为 39(相当于含水量为 25.0%),打开料口 6,将天然蜂蜜置于物料提取与干燥室 2 内,关闭料口 6 后开启真空泵 4,将真空度控制在 2kPa,开启 9 个微波磁控管 5,调整微波功率为 9KW,开始对天然蜂蜜进行低温真空干燥,此时水的汽化温度是 20℃,干燥过程中通过温度传感器 7 监控到物料提取与干燥室 2 内的温度为 40 度,微波连续照射时间为 15 分钟,打开排水口 8,打开料口 6,收集产物。干燥完成,经过检测,用本方法干燥后的天然蜂蜜其波美度为 42(相当于含水量为 19.2%)。

[0050] 以上只是本发明的五个具体应用实例,本发明不仅适用于生物碱类成分、苷类成分、蒽醌类成分、黄酮类成分、多糖、有机酸、色素等的提取,也可以应用于各种固体粉末和液体的干燥。

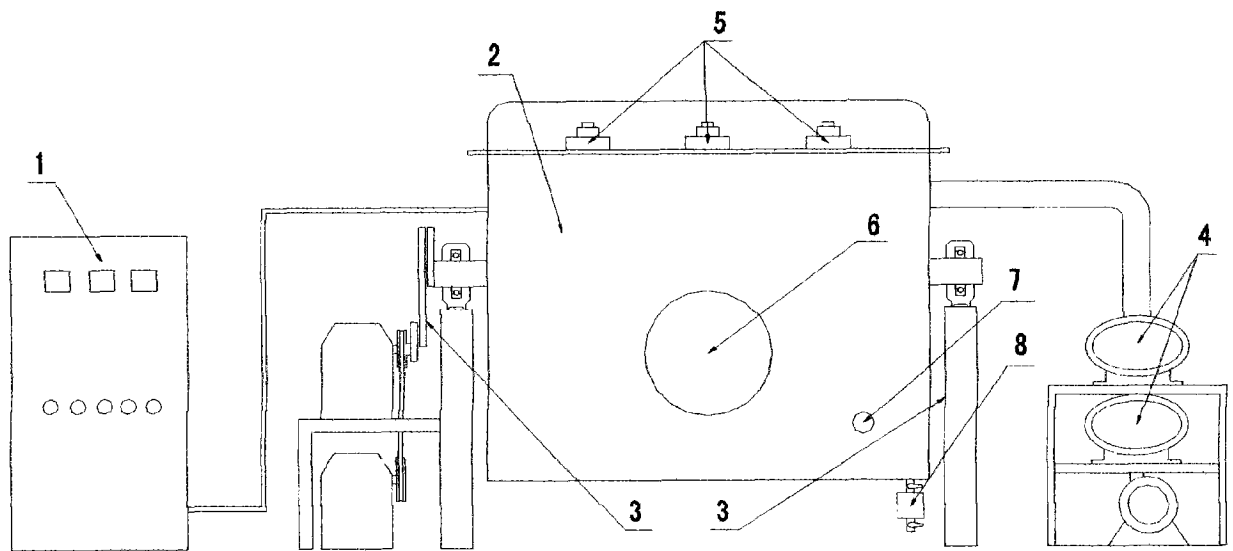


图 1

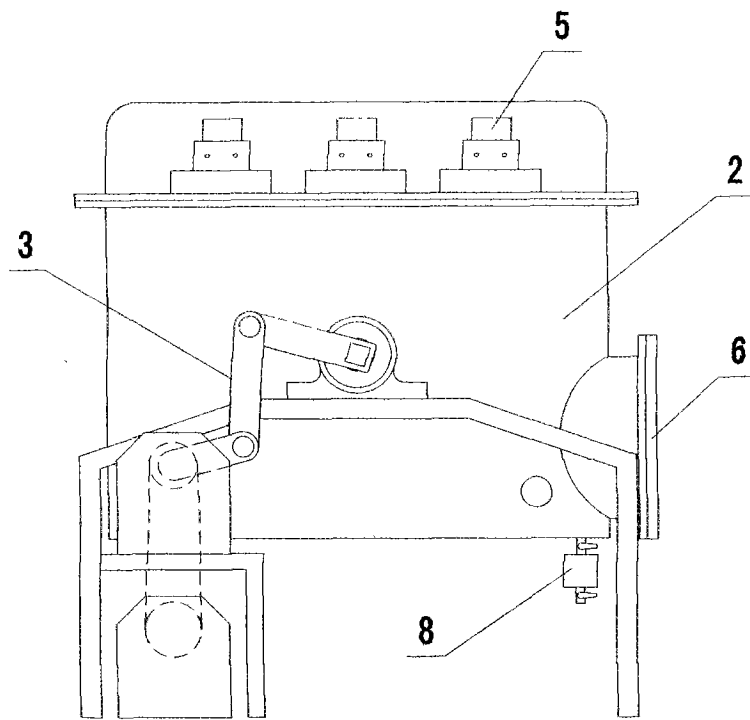


图 2