



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103739585 A

(43) 申请公布日 2014. 04. 23

(21) 申请号 201410052776. 8

(22) 申请日 2014. 02. 17

(71) 申请人 辛荣昆

地址 650000 云南省昆明市盘龙区穿金路
259 号 2 幢 2 单元 102 号

(72) 发明人 辛荣昆

(74) 专利代理机构 昆明祥和知识产权代理有限公司 53114

代理人 和琳

(51) Int. Cl.

C07D 311/80 (2006. 01)

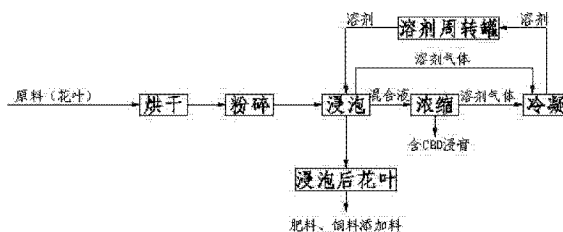
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54) 发明名称

从工业大麻中提取二氢大麻酚(CBD)工艺

(57) 摘要

从工业大麻中提取二氢大麻酚(CBD)工艺,属于生物技术领域,尤其是一种从工业大麻中提取二氢大麻酚(CBD)的技术。本发明的工艺包括了采摘花叶、烘干、粉碎、浸泡萃取以及浓缩分离过程。本发明的工艺,可实现介质的全部回收利用,以及原料分类提取、废物综合利用的零排放、零污染,采用的工艺流程从浸膏的提取,到各种物质的分离,以及 CBD 的提纯均采用国际先进技术及标准。



1. 一种从工业大麻中提取二氢大麻酚(CBD)的工艺,其特征在于该工艺通过以下步骤实现:

第1步,将采摘的工业大麻花叶烘干至含水量为3~5%;

第2步,把烘干的花叶进行磨碎至5目以上;

第3步,粉碎后的花叶用溶剂进行浸泡,溶剂采用石油醚、正己烷或6#溶剂油,浸泡温度小于50℃;浸泡时间至少1小时;

第4步,浸泡后,花叶由滤网过滤出,滤液则在90~120℃下加热,滤液中的溶剂变为气体蒸发,剩余的固体或半固体膏状物即为富含CBD的浸膏;

第5步,层析分离,将前道工序产生的富含CBD的浸膏用有吸附剂将CBD予以吸附后,再采用溶剂将其洗脱分离出CBD;溶剂采用正己烷、6#抽提溶剂、二氯甲烷、石油醚、乙酸乙酯、乙醇、甲醇中的一种,或者是任意几种的混合物;吸附剂为大孔树脂或柱层层析硅胶。

2. 如权利要求1所述的一种从工业大麻中提取二氢大麻酚(CBD)的工艺,其特征在于所述的层析分离具体步骤为:

(1) 首先把吸附剂称量后装入层析分离器内;

(2) 把富含CBD的浸膏均匀地放在吸附剂表面吸附CBD,吸附剂与浸膏按重量比为25~40:1;或将吸附剂与浸膏以1:1左右的比例混匀吸附CBD;

(3) 把溶剂添加到浸膏上面,添加过程中不充许干柱现象发生,并在吸附剂底部收集从吸附剂中慢慢流出的洗脱液,直至将CBD洗脱完为止。

3. 如权利要求1所述的一种从工业大麻中提取二氢大麻酚(CBD)的工艺,其特征在于所述的花叶最好采用盛花期的花叶,此时CBD的含量较高。

4. 如权利要求1所述的一种从工业大麻中提取二氢大麻酚(CBD)的工艺,其特征在于所述的花叶在烘干之前将其晒干或烤干至水份含量在10~15%之间,灰土含量在3%以下。

5. 如权利要求1所述的一种从工业大麻中提取二氢大麻酚(CBD)的工艺,其特征在于所述的花叶烘干温度控制在130~160℃之间,时间控制在15~35分钟。

6. 如权利要求1所述的一种从工业大麻中提取二氢大麻酚(CBD)的工艺,其特征在于所述的花叶进行磨碎,达到5~10目之间。

7. 如权利要求1所述的一种从工业大麻中提取二氢大麻酚(CBD)的工艺,其特征在于所述粉碎后的花叶用溶剂进行浸泡前,可对加入的物料进行溶剂喷淋,以溶出花叶中的CBD。

从工业大麻中提取二氢大麻酚(CBD)工艺

技术领域

[0001] 本发明属于生物技术领域,尤其是一种从工业大麻中提取二氢大麻酚(CBD)的技术。

背景技术

[0002] 大麻种植历史悠久,古代大麻主要用于制作加工绳索、渔网、服装和造纸原料,以及油脂、食品等。随着社会的发展和进步,人们发现大麻中含有一种毒性成分(四氢大麻酚)可使人致幻成瘾,欧美许多国家曾在相当长时期内禁种大麻。由于大麻的经济利用价值高,到 20 世纪 80 年代,一些欧洲国家研究培育出了低毒大麻品种并获得推广种植。1990 年欧共体率先紧急修订农业政策,废除了禁种大麻的禁令,开始恢复大麻的生产和研究。随后美国、加拿大、澳大利亚等国解除了大麻种植的禁令,全球大麻种植面积和纤维产量有了迅速增长,欧美国家对工业大麻的开发利用再次掀起,国际市场对生态大麻的需求也在迅速增长。根据大麻的经济属性,为充分利用其为人类服务,1988 年联合国明确规定不具备提取毒性成分(四氢大麻酚 THC)价值或直接作为毒品吸食的,专供工业用途的原料大麻,工业大麻(其生长期大麻花叶中的四氢大麻酚含量(THC) < 0.3%),可以合法进行规模化种植与工业化开发利用。

[0003] 工业大麻是独具特色、比较优势突出的生物资源。工业大麻与传统有毒大麻具有本质差别,工业大麻是一类无毒化的工业原料产品,具有极高的经济利用价值。到 2003 年末世界各国先后一共选育出 25 个工业大麻品种,而且欧盟的法、德、英等七国也都成为工业大麻主要种植生产国,以工业大麻纤维和麻籽及其花、叶、根、茎为原料进行系列产品研发与产业化综合开发,已在工业大麻初级加工主产品麻皮纤维、秆芯纤维、麻籽油脂和籽粕蛋白、药用标准化提取物实现产业化生产的基础上,进一步进行深加工利用,派生出来的产品已达到二万五千种以上,包含了人类的衣、食、住、行、用各大类产品。工业大麻产业的研究、开发和生产主要集中在欧洲、加拿大、美国等技术发达的国家。工业大麻产业的发展,首先是从选育无毒或低毒化的工业大麻新品种开始的,并以此为基础实现了规模化的种植和高技术产业化的综合开发利用,形成了一个“新兴绿色产业群”和新型工业经济的快速增长点。

[0004] 二氢大麻酚(CBD)是工业大麻花叶萃取的一种无毒的可用于药品、化妆品、保健食品的一种高付加值的酚类物质。目前,以色列、美国、英国等发达国家已用其做原料并开发出多种特效药品和化妆品。CBD 是大麻中的非成瘾性成分,能阻碍 THC 对人体神经系统影响,并具有抗痉挛、抗风湿性关节炎、抗焦虑等药理活性。但目前仍未形成工业化的提取工艺应用于大规模的 CBD 提取加工技术。

发明内容

[0005] 本发明提出一种从工业大麻中提取二氢大麻酚(CBD)的工艺,实现工业大麻在日化和药品中的应用。

[0006] 本发明的一种从工业大麻中提取二氢大麻酚(CBD)的工艺,其特征在于该工艺通过以下步骤实现:

第1步,将采摘的工业大麻花叶烘干至含水量为3~5%;

第2步,把烘干的花叶进行磨碎至5目以上;

第3步,粉碎后的花叶用溶剂进行浸泡,溶剂采用石油醚、正己烷或6#溶剂油,浸泡温度小于50℃。浸泡时间至少1小时;

第4步,浸泡后,花叶由滤网过滤出,滤液则在90~120℃下加热,滤液中的溶剂变为气体蒸发,剩余的固体或半固体膏状物即为富含CBD的浸膏;

第5步,层析分离,将前道工序产生的富含CBD的浸膏用有吸附剂将CBD予以吸附后,再采用溶剂将其洗脱分离出CBD;溶剂采用正己烷、6#抽提溶剂、二氯甲烷、石油醚、乙酸乙酯、乙醇、甲醇中的一种,或者是任意几种的混合物;吸附剂为大孔树脂或柱层层析硅胶。

[0007] 所述的层析分离具体步骤为:

(1) 首先把吸附剂称量后装入层析分离器内;

(2) 把富含CBD的浸膏均匀地放在吸附剂表面吸附CBD,吸附剂与浸膏按重量比为25~40:1;或将吸附剂与浸膏以1:1左右的比例混匀吸附CBD;

(3) 把溶剂添加到浸膏上面,添加过程中不充许干柱现象发生,并在吸附剂底部收集从吸附剂中慢慢流出的洗脱液,直至将CBD洗脱完为止。

[0008] 所述的花叶最好采用盛花期的花叶,此时CBD的含量较高。

[0009] 所述的花叶在烘干之前将其晒干或烤干至水份含量在10~15%之间,灰土含量在3%以下。

[0010] 所述的花叶烘干温度控制在130~160℃之间,时间控制在15~35分钟。此时的目的是把花叶里的水份烘烤至3~5%之间,便于下道工序的处理,另一目的是促进CBD的后熟期。

[0011] 所述的花叶进行磨碎,达到5~10目之间,可扩大溶剂与原料的接触表面积,能缩短浸泡时间,增加设备装料量,还能提高CBD的提取率。

[0012] 所述粉碎后的花叶用溶剂进行浸泡前,可对加入的物料进行溶剂喷淋,以溶出花叶中的CBD。

[0013] 本发明的工艺,可实现介质的全部回收利用,以及原料分类提取、废物综合利用的零排放、零污染,采用的工艺流程从浸膏的提取,到各种物质的分离,以及CBD的提纯均采用国际先进技术及标准。

附图说明

[0014] 图1为本发明实施例1的工艺流程图。

[0015] 图2为本发明实施例2的工艺流程图。

[0016] 图3为本层析分离流程图。

具体实施方式

[0017] 实施例1:一种从工业大麻中提取二氢大麻酚(CBD)的工艺,其特征在于该工艺通过以下步骤实现:

第 1 步, 原料采用盛花期的花叶, 此时 CBD 的含量较高, 花叶预先晒干或烤干, 水份含量在 10 ~ 15% 之间, 灰土含量在 3% 以下。把原料投入到烘烤设备内, 温度控制在 130 ~ 160℃ 之间, 时间控制在 15 ~ 35 分钟。烘干的目的是把花叶里的水份烘烤至 3 ~ 5% 之间, 另一目的是促进 CBD 的后熟期。该工序可提高 CBD 的萃取量, 热源可用导热油、电、蒸汽等。

[0018] 第 2 步, 把烘干的花叶进行磨碎, 达到 5 ~ 10 目之间, 可扩大溶剂与原料的接触表面积, 能缩短浸泡时间, 增加设备装料量, 还能提高 CBD 的提取率。

[0019] 第 3 步, 把磨好的花叶装入浸泡器内进行浸泡, 浸泡溶剂采用石油醚、正己烷或 6 # 溶剂油。浸泡器选择密封或开放式, 下部装有过滤网, 器内上下部均装有直接蒸汽喷管, 用于蒸脱浸泡后的花叶内的溶剂。该浸泡器可采用带搅拌或不带搅拌两种, 顶部有进料门, 出料和出浸泡后的混合溶液均在设备下部。操作中为提高浸泡效果, 可反复进行多次浸泡, 浸泡温度不高于 50℃, 浸泡时间每次不得低于 1 小时。浸泡后的混合溶液经过设备内的过滤网过滤后抽至浓缩器进行分离浓缩。

[0020] 待最后一次浸泡完并把混合溶液抽完后即可开启直接汽对花叶内的残留溶剂进行蒸脱并回收溶剂, 直至花叶内的溶剂蒸完为止, 花叶即可从浸泡器内清除, 将其可用做农家肥或者饲料。

[0021] 第 4 步, 浓缩分离器的主要功能是把浸泡花叶后的混合溶液进行浓缩分离, 其内可通间接加热热源, 导热油或间接蒸汽均可。温度控制在 90 ~ 120℃ 之间。经过加热后的溶液中的溶剂即变为气体蒸发, 再经过冷凝器冷却为液体后回收再循环使用。溶剂蒸发浓缩后剩余得到的固体、半固体膏状物即为富含 CBD 的浸膏。

[0022] 第 5 步, 层析分离, 具体包括:

(1) 首先把柱层层析硅胶称量后装入层析分离器内, 可分为干法装柱、或湿法装柱均可。装填时要整体装填均匀, 紧实度要偏紧。

[0023] (2) 把准备好的浸膏均匀地放在层析硅胶表面, 柱层层析硅胶与浸膏比为 :25 ~ 40 : 1。如果浸膏浓度较浓, 可适当用溶剂稀释即可。也可用柱层层析硅胶与浸膏以 1 : 1 左右的比例混匀。

[0024] (3) 把按 5 ~ 4 : 1 调配好的石油醚、二氯甲烷混合洗脱液, 添加到浸膏上面, 整个分提过程中不充许干柱现象发生。

[0025] (4) 接下来即用容量为 1000 毫升左右的容器在层析分离柱底部收集从层析柱上慢慢流出的洗脱液, 直至 CBD 洗脱完为止。

[0026] (5) 此时把所有收集到且编好号的收集器整理好, 把含 CBD 的溶液经检测并分离出来进行浓缩干燥, 即可得到 CBD 成品。

[0027] 所有回收回来的溶剂可再进行调配回收反复使用, 检测设备为高效液相色谱仪及高效气相色谱仪两种即可。

[0028] 实施例 2 : 一种从工业大麻中提取二氢大麻酚 (CBD) 的工艺, 采用连续式浸泡的方式提取, 其特征在于该工艺通过以下步骤实现:

第 1 步, 原料采用盛花期的花叶, 此时 CBD 的含量较高, 花叶预先晒干或烤干, 水份含量在 10 ~ 15% 之间, 灰土含量在 3% 以下。把原料投入到烘烤设备内, 温度控制在 130 ~ 160℃ 之间, 时间控制在 15 ~ 35 分钟。烘干的目的是把花叶里的水份烘烤至 3 ~ 5% 之间, 另一目的是促进 CBD 的后熟期, 该工序可提高 CBD 的萃取量, 热源可用导热油、电、蒸汽等。

[0029] 第 2 步,把烘干的花叶进行磨碎,并存储到存料箱,碎叶在 5 ~ 10 目之间,可扩大溶剂与原料的接触表面积,能缩短浸泡时间,增加设备装料量,还能提高 CBD 的提取率。存料箱的功能主要是使原料能够均匀的连续不断的向下道工序供料,以保证整条生产线的连续正常生产。

[0030] 第 3 步,连续式浸出器是一台基本密封的并且能保证溶剂不会泄漏的设备,浸泡溶剂采用石油醚、正己烷或 6 # 溶剂油。浸出器均匀地连续不断地进料和出料,且原料在设备内经溶剂不断地喷淋、浸泡、滴干、混合循环萃取加工,浸泡温度不超过 50 摄氏度,每批花叶的浸泡时间至少 1 小时。

[0031] 连续浸泡出料的方式中,为了保证 CBD 的有效溶出,需要在进料过程中对原料进行溶剂喷淋,喷淋能够提高分子的对流扩散能力,以保证物料中的 CBD 在流动过程中充分得到溶出。

[0032] 第 4 步,浸出器内经反复循环浸泡后浓度较高的混合溶液连续不断地抽到蒸发器内进行加温,温度控制在 90 ~ 120℃ 之间。经过加热后的溶液中的溶剂即变为气体蒸发,再经过冷凝器冷却为液体后回收再循环使用。溶剂蒸发浓缩后剩余得到的固体、半固体膏状物即为富含 CBD 的浸膏。

[0033] 经萃取后的带大量溶剂的花叶则进入连续进出料的蒸脱烘干设备。该设备是一台多层式带有间接和直接蒸汽的加热设备,加热温度为 100 ~ 120℃。花叶在蒸脱过程中带溶剂的蒸汽经冷凝后进入分水器把水分除去,溶剂抽到溶剂循环罐内供循环使用。脱溶剂后的花叶可作肥料或饲料。

[0034] 第 5 步,层析分离,具体包括:

(1) 首先把柱层层析硅胶称量后装入层析分离器内,可分为干法装柱、或湿法装柱均可。装填时要整体装填均匀,紧实度要偏紧。

[0035] (2) 把准备好的浸膏均匀地放在层析硅胶表面,柱层层析硅胶与浸膏比为 :25 ~ 40 : 1。如果浸膏浓度较浓,可适当用溶剂稀释即可。也可用柱层层析硅胶与浸膏以 1 : 1 左右的比例混匀。

[0036] (3) 把按 5 ~ 4 : 1 调配好的石油醚、二氯甲烷混合洗脱液,添加到浸膏上面,整个分提过程中不充许干柱现象发生。

[0037] (4) 接下来即用容量为 1000 毫升左右的容器在层析分离柱底部收集从层析柱上慢慢流出的洗脱液,直至 CBD 洗脱完为止。

[0038] (5) 此时把所有收集到且编好号的收集器整理好,把含 CBD 的溶液经检测并分离出来进行浓缩干燥,即可得到 CBD 成品。

[0039] 所有回收回来的溶剂可再进行调配回收反复使用,检测设备为高效液相色谱仪及高效气相色谱仪两种即可。

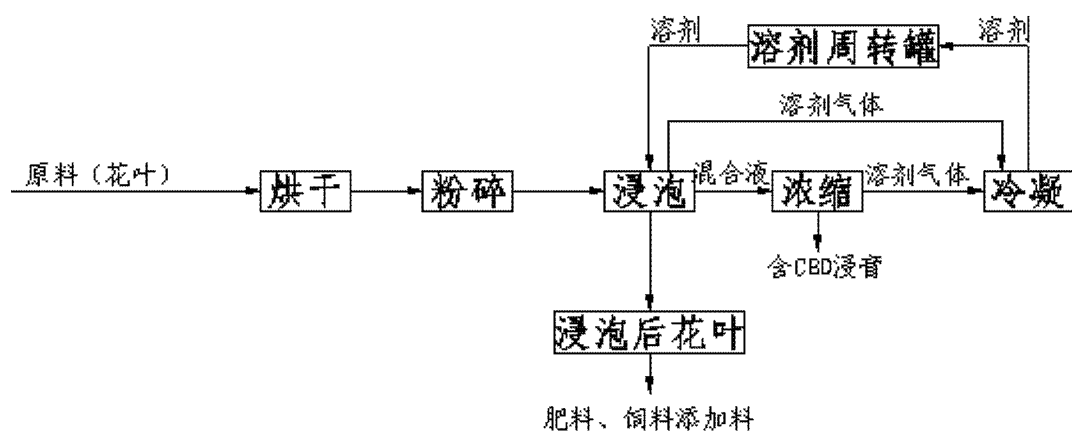


图 1

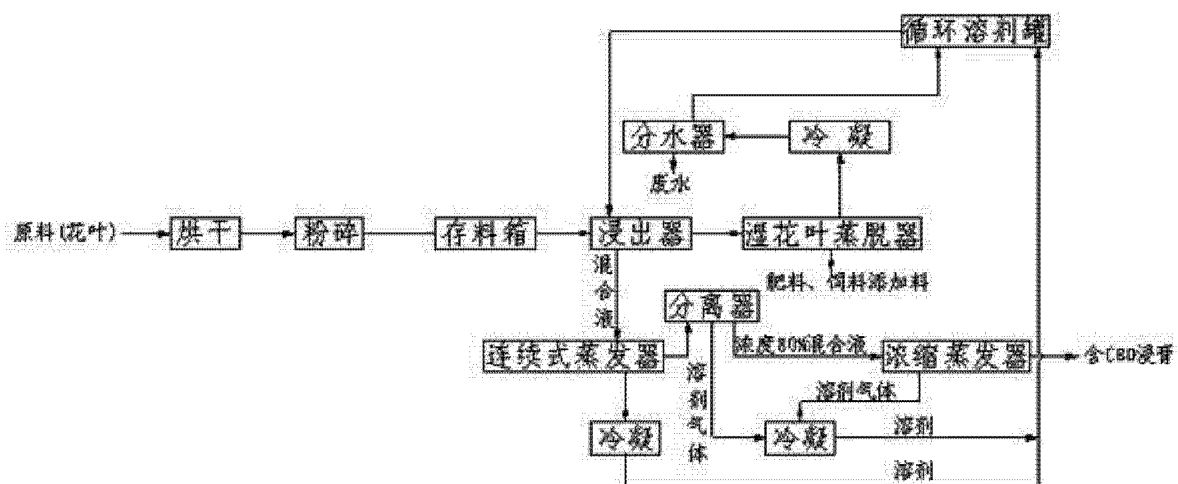


图 2

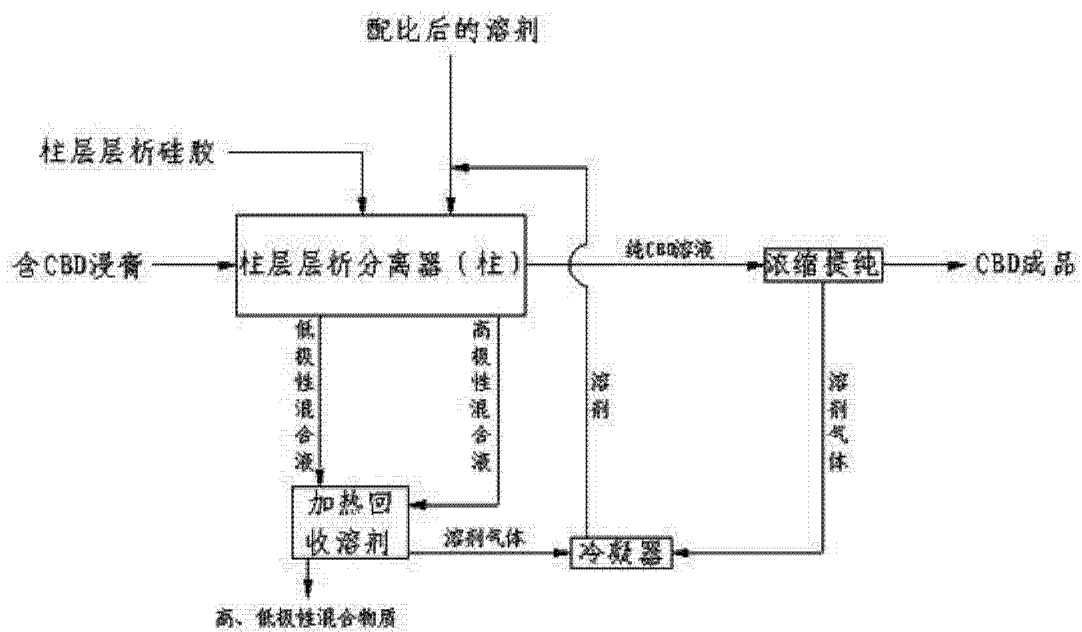


图 3