



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105435486 B

(45)授权公告日 2018.01.23

(21)申请号 201510912108.2

审查员 于瑛

(22)申请日 2015.12.11

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105435486 A

(43)申请公布日 2016.03.30

(73)专利权人 苏州泽达兴邦医药科技有限公司

地址 215000 江苏省苏州市高新区科灵路
78号(苏高新软件园)

(72)发明人 刘雪松 李页瑞 陈勇 王龙虎
吴永江

(74)专利代理机构 苏州广正知识产权代理有限
公司 32234

代理人 徐萍

(51)Int.Cl.

B01D 11/02(2006.01)

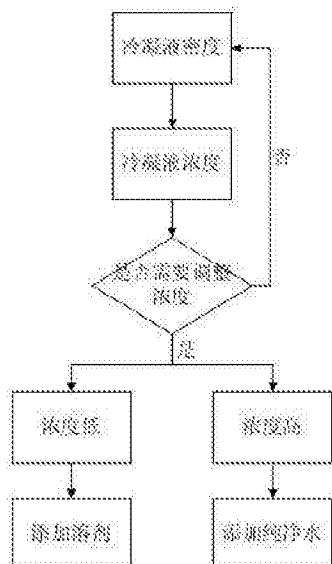
权利要求书1页 说明书3页 附图3页

(54)发明名称

一种热回流提取过程的提取溶剂浓度稳定性控制方法

(57)摘要

本发明公开了一种热回流提取过程的提取溶剂浓度稳定性控制方法，所述热回流提取过程得到的冷凝液回流至提取罐中，包括步骤为：每隔 n 秒钟测定回流的冷凝液的密度 ρ ，得到 m 分钟内冷凝液的平均密度 ρ_m ，根据溶剂浓度-密度曲线得到 m 分钟内冷凝液的平均浓度 C_m ；测定 m 分钟内所述冷凝液回流的总流量 V_m ，设定提取溶剂的浓度为 C ，比较平均浓度 C_m 与浓度 C 的大小，通过加入溶剂或水使平均浓度 C_m 等于提取溶剂的浓度 C 。通过上述方式，本发明实现了热回流提取过程提取溶剂浓度的精确控制，提高批次间稳定性和均一性，为提高中药产品质量稳定和中药现代化提供新技术。



1. 一种热回流提取过程的提取溶剂浓度稳定性控制方法,其特征在于,所述热回流提取过程得到的冷凝液回流至提取罐中,包括步骤为:配制不同浓度的提取溶剂水溶液,分别测定所述提取溶剂水溶液的密度,绘制所述提取溶剂水溶液的浓度-密度曲线;每隔n秒钟测定回流的冷凝液的密度 ρ ,得到m分钟内冷凝液的平均密度 ρ_m ,根据所述提取溶剂水溶液的浓度-密度曲线得到m分钟内冷凝液的平均浓度 C_m ;测定m分钟内所述冷凝液回流的总流量 V_m ,设定提取溶剂的浓度为C,比较平均浓度 C_m 与浓度C的大小,通过加入溶剂或水使平均浓度 C_m 等于提取溶剂的浓度C;

所述热回流提取过程为浓缩器中的液体蒸发经冷凝器冷凝,再通过回流管道回流至提取罐中,所述回流管道上设置有密度计和第一流量计,所述密度计和所述第一流量计与控制器连接。

2. 根据权利要求1所述的提取溶剂浓度稳定性控制方法,其特征在于,所述回流的冷凝液的密度 ρ 是通过密度计测定的。

3. 根据权利要求1所述的提取溶剂浓度稳定性控制方法,其特征在于,所述冷凝液回流的总流量 V_m 是通过第一流量计测定的,所述第一流量计具有累计计量功能。

4. 根据权利要求1所述的提取溶剂浓度稳定性控制方法,其特征在于,水储罐通过第一管道与所述提取罐相连,溶剂储罐通过第二管道与所述提取罐相连,所述第一管道上设置有第二流量计,所述第二管道上设置有第三流量计,所述第二流量计和所述第三流量计与控制器连接。

5. 根据权利要求4所述的提取溶剂浓度稳定性控制方法,其特征在于,所述加入水的流量通过第二流量计测定,所述加入溶剂的流量通过第三流量计测定,所述第二流量计和所述第三流量计具有累计计量功能。

6. 根据权利要求1所述的提取溶剂浓度稳定性控制方法,其特征在于,所述提取溶剂是溶剂和水的混合物;所述水的相对密度为1。

7. 根据权利要求1所述的提取溶剂浓度稳定性控制方法,其特征在于,当平均浓度 C_m 低于浓度C时,加入溶剂的体积为 V_0 ,其中 $V_0=(C - C_m)V_m$;当平均浓度 C_m 高于浓度C时,加入水的体积为 V_w ,其中 $V_w=(C_m - C)V_m$;当平均浓度 C_m 等于浓度C时,不加入溶剂或水。

一种热回流提取过程的提取溶剂浓度稳定性控制方法

技术领域

[0001] 本发明涉及中药制药中的中药提取工艺领域,特别是涉及一种热回流提取过程的提取溶剂浓度稳定性控制方法。

背景技术

[0002] 提取过程就是用适当的溶剂将原料中的有效成分从植物组织中溶解出来的过程。提取过程中用到的提取溶剂直接影响着有效成分的溶出速度,如提取溶剂浓度不稳定,则会直接影响最终产品的安全性、有效性、稳定性、均一性。

[0003] 现有热回流提取浓缩设备用于溶剂的蒸发回收,但由于蒸发回收的溶剂直接回落至提取罐,会使蒸发-冷凝后得到的回收溶剂浓度不稳定。随着热回流循环提取的进行,提取罐中的提取溶剂浓度会发生变化,事实上改变了药品、保健品或提取物生产的工艺要求,不符合药品、保健品或提取物的生产GMP规范要求。

发明内容

[0004] 本发明主要解决的技术问题是提供一种热回流提取过程的提取溶剂浓度稳定性控制方法,解决了目前热回流提取过程中提取溶剂浓度不稳定等问题,实现了热回流提取工艺中提取溶剂浓度的稳定性控制,保证最终产品的稳定性和均一性。

[0005] 为解决上述技术问题,本发明采用的一个技术方案是:提供一种热回流提取过程的提取溶剂浓度稳定性控制方法,所述热回流提取过程得到的冷凝液回流至提取罐中,包括步骤为:配制不同浓度的提取溶剂水溶液,分别测定所述提取溶剂水溶液的密度,绘制所述提取溶剂水溶液的浓度-密度曲线;每隔n秒钟测定回流的冷凝液的密度 ρ ,得到m分钟内冷凝液的平均密度 ρ_m ,根据所述提取溶剂水溶液的浓度-密度曲线得到m分钟内冷凝液的平均浓度 C_m ;测定m分钟内所述冷凝液回流的总流量 V_m ,设定提取溶剂的浓度为C,比较平均浓度 C_m 与浓度C的大小,通过加入溶剂或水使平均浓度 C_m 等于提取溶剂的浓度C。

[0006] 在本发明一个较佳实施例中,所述热回流提取过程为浓缩器中的液体蒸发经冷凝器冷凝,再通过回流管道回流至提取罐中,所述回流管道上设置有密度计和第一流量计,所述密度计和所述第一流量计与控制器连接。

[0007] 在本发明一个较佳实施例中,所述回流的冷凝液的密度 ρ 是通过密度计测定的。

[0008] 在本发明一个较佳实施例中,所述冷凝液回流的总流量 V_m 是通过第一流量计测定的,所述第一流量计具有累计计量功能。

[0009] 在本发明一个较佳实施例中,水储罐通过第一管道与所述提取罐相连,溶剂储罐通过第二管道与所述提取罐相连,所述第一管道上设置有第二流量计,所述第二管道上设置有第三流量计,所述第二流量计和所述第三流量计与控制器连接。

[0010] 在本发明一个较佳实施例中,所述加入水的流量通过第二流量计测定,所述加入溶剂的流量通过第三流量计测定,所述第二流量计和所述第三流量计具有累计计量功能。

[0011] 在本发明一个较佳实施例中,所述提取溶剂是溶剂和水的混合物;所述水的密度

为1。

[0012] 在本发明一个较佳实施例中,当平均浓度 C_m 低于浓度C时,加入溶剂的体积为 V_0 ,其中 $V_0=(C - C_m) V_m$;当平均浓度 C_m 高于浓度C时,加入水的体积为 V_w ,其中 $V_w=(C_m - C) V_m$;当平均浓度 C_m 等于浓度C时,不加入溶剂或水。

[0013] 本发明的有益效果是:本发明的热回流提取过程的提取溶剂浓度稳定性控制方法,旨在解决目前热回流提取过程提取溶剂浓度不稳定等技术难题,实现热回流提取过程提取溶剂浓度的精确控制,提高批次间稳定性和均一性,为提高中药产品质量稳定和中药现代化提供新技术。

附图说明

[0014] 为了更清楚地说明本发明实施例中的技术方案,下面将对实施例描述中所需要使用的附图作简单地介绍,显而易见地,下面描述中的附图仅仅是本发明的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其它的附图,其中:

[0015] 图1是本发明的热回流提取过程的提取溶剂浓度稳定性控制方法一较佳实施例的应用示意图;

[0016] 图2是本发明的热回流提取过程的提取溶剂浓度稳定性控制方法一较佳实施例的控制流程图;

[0017] 图3是本发明的热回流提取过程的提取溶剂浓度稳定性控制方法一较佳实施例中乙醇浓度-密度曲线。

具体实施方式

[0018] 下面将对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅是本发明的一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其它实施例,都属于本发明保护的范围。

[0019] 实施例一:

[0020] 所述热回流提取过程为浓缩器中的液体蒸发经冷凝器冷凝,再通过回流管道回流至提取罐中。所述回流管道上设置有密度计和第一流量计,所述密度计和所述第一流量计与控制器连接。所述回流的冷凝液的密度 ρ 是通过密度计测定的,所述密度计每隔一定的时间将所测的密度数据传输至控制器。所述冷凝液回流的总流量 V_m 是通过第一流量计测定的,所述第一流量计具有累计计量功能。

[0021] 水储罐通过第一管道与所述提取罐相连,溶剂储罐通过第二管道与所述提取罐相连,所述第一管道上设置有第二流量计,所述第二管道上设置有第三流量计,所述第二流量计和所述第三流量计与控制器连接。所述加入水的流量通过第二流量计测定,所述加入溶剂的流量通过第三流量计测定,所述第二流量计和所述第三流量计具有累计计量功能。

[0022] 请参阅图1和图2,提供一种黄芪热回流提取过程的提取溶剂浓度稳定性控制方法,包括步骤为:

[0023] (1)配置乙醇的1%、5%、10%、20%、30%、40%、50%、55%、60%、65%、70%、75%、80%、85%、

90%、95%、100%浓度的水溶液,分别测定其密度,绘制乙醇浓度-密度曲线,具体参阅图3;

[0024] (2)在控制器上设定工艺参数乙醇浓度为95%;设置每5分钟校正一次提取溶剂的浓度;密度计每隔5秒钟将所测的密度数据传输至控制器上;

[0025] (3)取300Kg黄芪净饮片,投入提取罐中,加入2400L 95%的乙醇;

[0026] (4)提取溶剂浓度校正过程:热回流提取过程,冷凝液回流管道上的流量计测量冷凝液的5分钟内总流量为50L,密度计每隔5秒钟将所测的密度数据传输至控制器,冷凝液回流管道上的密度计检测到冷凝液的平均密度为 0.8555g/cm^3 ,经乙醇浓度-密度曲线计算,得到冷凝液的浓度为83%;

[0027] 通过溶剂储罐添加溶剂体积 $V_0 = (95\% - 83\%) \cdot 50\text{L} = 6\text{L}$ 。

[0028] (5)冷凝液回流管道上的流量计和密度计清零,重复提取溶剂浓度校正过程,直至提取过程结束。

[0029] 实施例二:

[0030] 提供一种银杏叶热回流提取过程的提取溶剂浓度稳定性控制方法,包括步骤为:

[0031] (1)在控制器设定工艺参数乙醇浓度为60%;设置每3分钟校正一次提取溶剂的浓度;密度计每隔5秒钟将所测的密度数据传输至控制系统;

[0032] (2)取300Kg银杏叶净饮片,投入提取罐中,加入1800L 60%的乙醇;

[0033] (3)热回流提取过程,冷凝液回流管道上的流量计测量冷凝液的3分钟内总流量为40L,密度计每隔5秒钟将所测的密度数据传输至控制系统,冷凝液回流管道上的密度计检测到冷凝液的平均密度为 0.8850g/cm^3 ,经乙醇浓度-密度曲线计算,得到冷凝液的浓度为72%;

[0034] 通过水储罐添加纯净水体积 $V_0 = (72\% - 60\%) \cdot 40\text{L} = 4.8\text{L}$ 。

[0035] (4)冷凝液回流管道上的流量计和密度计清零,重复提取溶剂浓度校正过程,直至提取过程结束。

[0036] 以上所述仅为本发明的实施例,并非因此限制本发明的专利范围,凡是利用本发明说明书内容所作的等效结构或等效流程变换,或直接或间接运用在其它相关的技术领域,均同理包括在本发明的专利保护范围内。

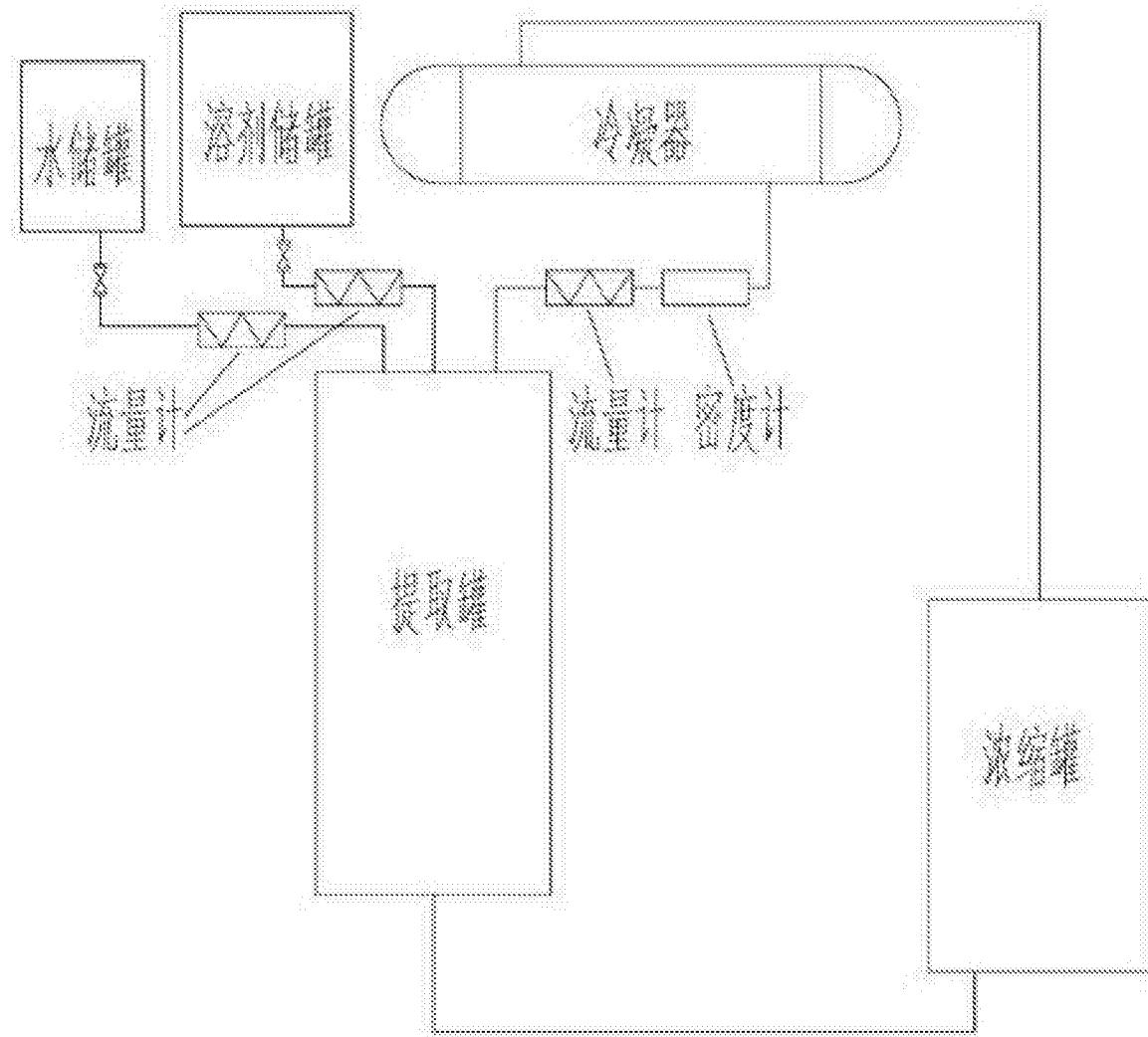


图1

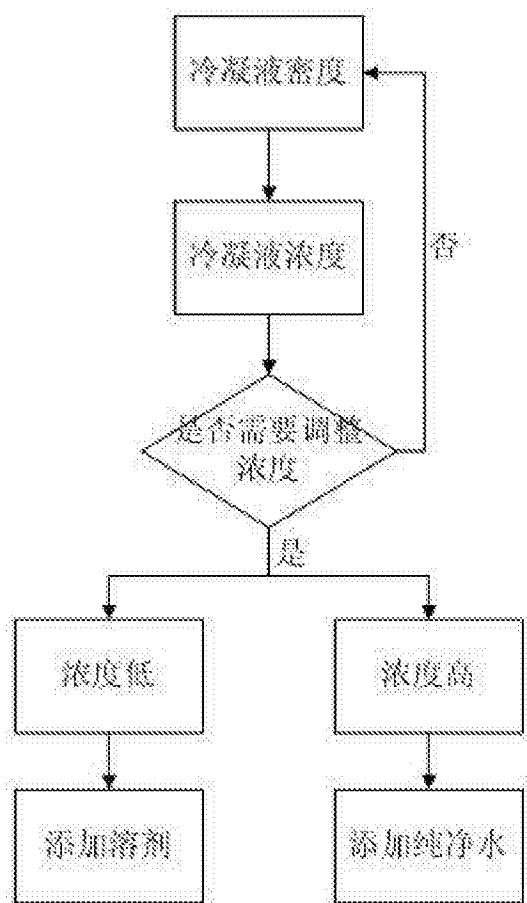


图2

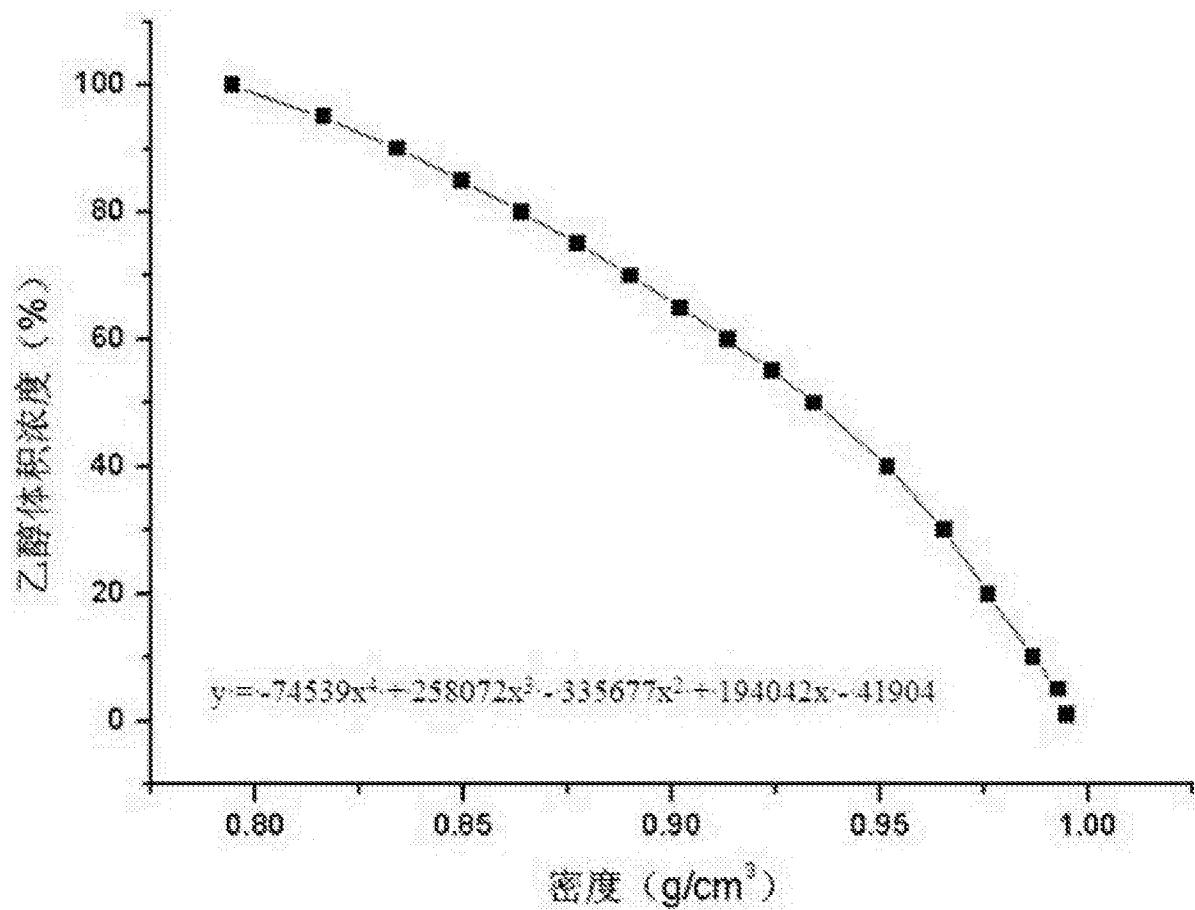


图3