



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104707356 A

(43) 申请公布日 2015.06.17

(21) 申请号 201310678375.9

C08B 37/00(2006.01)

(22) 申请日 2013.12.14

(71) 申请人 河南省亚临界生物技术有限公司

地址 455000 河南省安阳市高新区海河大道
12号

(72) 发明人 杨倩 祁鲲

(74) 专利代理机构 安阳市智浩专利代理事务所

41116

代理人 杨红军

(51) Int. Cl.

B01D 11/02(2006.01)

A61K 36/16(2006.01)

A61K 36/87(2006.01)

C07D 311/30(2006.01)

C07D 311/40(2006.01)

C07H 15/203(2006.01)

C07H 1/08(2006.01)

C07G 99/00(2009.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

亚临界乙醇溶剂萃取生物成份的工艺

(57) 摘要

本发明公布了一种亚临界乙醇溶剂萃取生物成份的工艺,属于化学领域。该工艺包括将生物质原材料加入压力萃取罐中,打入亚临界状态的乙醇萃取溶剂进行萃取,萃取时间为30分钟~1小时,完成萃取后将萃取液中的乙醇分离出得到目标物。与传统的常温常压的乙醇萃取工艺相比,本发明所提供的工艺的萃取效率有显著的提高,生物材质目标物被提取的更彻底。

1. 亚临界乙醇溶剂萃取生物成份的工艺,其特征在于:将生物质原材料加入压力萃取罐中,打入亚临界状态的乙醇萃取溶剂进行萃取,萃取时间为30分钟~1小时,完成萃取后将萃取液中的乙醇分离出得到目标物。

2. 根据权利要求1所述的亚临界乙醇溶剂萃取生物成份的工艺,其特征在于:所述的萃取温度控制在78.3℃~243℃,所述的萃取压力为对应萃取温度的乙醇的饱和蒸气压。

3. 根据权利要求1所述的亚临界乙醇溶剂萃取生物成份的工艺,其特征在于:所述的原料与乙醇溶剂的质量比1:1-10。

4. 根据权利要求1所述的亚临界乙醇溶剂萃取生物成份的工艺,其特征在于:所述的萃取溶剂乙醇浓度为10%~100%。

5. 根据权利要求1所述的亚临界乙醇溶剂萃取生物成份的工艺,其特征在于:将生物质原材料银杏叶去杂、清洗、晾干,粉碎后装入萃取压力罐内,抽真空,打入100℃浓度20%的乙醇溶剂在100℃进行亚临界萃取,银杏叶与乙醇溶剂的质量比为1:1-10,萃取30-60分钟后,将萃取液中的乙醇溶剂分离,得到目标萃取物银杏黄酮。

6. 根据权利要求1所述的亚临界乙醇溶剂萃取生物成份的工艺,其特征在于:将生物质原材料葡萄籽粉碎后,装入压力萃取罐内,封闭好萃取罐,抽真空,打入150℃浓度为90%的乙醇溶剂在150℃进行亚临界萃取,葡萄籽与乙醇溶剂的质量比为1:1-10,萃取30-60分钟后,将萃取液中的乙醇溶剂分离,得到目标萃取物葡萄籽油和多酚的混合物。

7. 根据权利要求1所述的亚临界乙醇溶剂萃取生物成份的工艺,其特征在于:将生物质原材料虎杖根茎去杂、清洗、晾干,粉碎后装入压力萃取罐内,抽真空,打入120℃浓度为70%的乙醇溶剂在120℃进行亚临界萃取,虎杖根茎与乙醇溶剂的质量比为1:1-10,萃取30-60分钟后,将萃取液中的乙醇溶剂分离,得到目标萃取物虎杖苷。

8. 根据权利要求1所述的亚临界乙醇溶剂萃取生物成份的工艺,其特征在于:将生物质原材料山药去杂、清洗、晾干,粉碎后装入压力萃取罐内,封闭好萃取罐,抽真空,打入90℃浓度为40%的乙醇溶剂在90℃进行亚临界萃取,山药与乙醇溶剂为1:1-10,萃取30-60分钟后,将萃取液中的乙醇溶剂分离,得到目标萃取物山药多糖。

亚临界乙醇溶剂萃取生物成份的工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及一种亚临界生物成份萃取工艺,特别涉及一种亚临界乙醇溶剂萃取生物成份的工艺,属于化学领域。

背景技术

[0002] 生物质材中有很多安全高效的有益成分,例如在我国中草药的使用已有几千年的历史,但中草药的煎制过程费时费力,制约了传统医药的发展,近年来发展起来的提取技术克服这一缺点,对中药的应用起到了巨大的推动作用。目前提取中药材中的有效成份已形成了成熟的工艺设备,并已被广泛使用,这种工艺都是以乙醇为萃取溶剂,在乙醇的沸点以下,进行常压萃取,得到有用的药用成份,其具体的萃取工艺原理如下:将中药材装入萃取罐中,打入乙醇进行浸泡,使中药的有用成份溶解到乙醇中,萃取一定时间后,抽出液相的乙醇萃取液,蒸发出其中的乙醇,即得到目标物——药用成份。萃取罐中的固相是萃取残渣,蒸发回收了出其中的乙醇后,排出,这种方式为了最大限度地提取出其中的药用成份生物质中药材在萃取罐中一般要进行多次萃取,浸提时间长,提取速度慢。

发明内容

[0003] 本发明为提供一种亚临界乙醇溶剂萃取生物成份的工艺。

[0004] 本发明所提供的一种亚临界乙醇溶剂萃取生物成份的工艺,包括将生物质原材料加入压力萃取罐中,打入亚临界状态的乙醇萃取溶剂进行萃取,萃取时间为 30 分钟~1 小时,完成萃取后将萃取液中的乙醇分离出得到目标物,所述的萃取温度控制在 78.3℃~243℃,所述的萃取压力为对应萃取温度的乙醇的饱和蒸气压,所述的原料与乙醇溶剂的质量比 1:1-10,所述的萃取溶剂乙醇浓度为 10%~100%,将生物质原材料银杏叶去杂、清洗、晾干,粉碎后装入萃取压力罐内,抽真空,打入 100℃浓度 20% 的乙醇溶剂在 100℃进行亚临界萃取,银杏叶与乙醇溶剂的质量比为 1:1-10,萃取 30-60 分钟后,将萃取液中的乙醇溶剂分离,得到目标萃取物银杏黄酮,将生物质原材料葡萄籽粉碎后,装入压力萃取罐内,封闭好萃取罐,抽真空,打入 150℃浓度为 90% 的乙醇溶剂在 150℃进行亚临界萃取,葡萄籽与乙醇溶剂的质量比为 1:1-10,萃取 30-60 分钟后,将萃取液中的乙醇溶剂分离,得到目标萃取物葡萄籽油和多酚的混合物,将生物质原材料虎杖根茎去杂、清洗、晾干,粉碎后装入压力萃取罐内,抽真空,打入 120℃浓度为 70% 的乙醇溶剂在 120℃进行亚临界萃取,虎杖根茎与乙醇溶剂的质量比为 1:1-10,萃取 30-60 分钟后,将萃取液中的乙醇溶剂分离,得到目标萃取物虎杖苷,将生物质原材料山药去杂、清洗、晾干,粉碎后装入压力萃取罐内,封闭好萃取罐,抽真空,打入 90℃浓度为 40% 的乙醇溶剂在 90℃进行亚临界萃取,山药与乙醇溶剂为 1:1-10,萃取 30-60 分钟后,将萃取液中的乙醇溶剂分离,得到目标萃取物山药多糖。

[0005] 本发明的有益技术效果为:以温度在沸点以上的亚临界状态的乙醇为萃取溶剂,在一定的压力下进行上述的亚临界萃取过程,与传统的常温常压的乙醇萃取工艺相比,本发明所提供的工艺的萃取效率有显著的提高,生物材质目标物被提取的更彻底。

具体实施方式

[0006] 为了更好的理解和施行本发明的技术方案,在此提供本发明的一些实施例,这些实施实例为了更好的解释本发明所述的技术方案,不构成对本发明的任何形式限制。本发明的亚临界萃取工艺中,所用的乙醇可以是无水乙醇,也可以是含水乙醇,乙醇浓度是根据被萃取原料中有效成份的性质决定的,浓度从 10% 至 100% 的纯乙醇都可用于本发明的工艺中。不同的亚临界乙醇浓度可用于萃取不同的原料成份,例如:高浓度亚临界乙醇对萃取油脂、磷脂等非极性成份有利,而低浓度亚临界乙醇对萃取生物碱、黄酮、低聚糖等极性成份有利,本发明中,为了更彻底地提取出原料中的有效成份,对萃取罐中的一批原料可以进行 1~6 次萃取,每次可以用新的乙醇溶剂,也可以采取逆流萃取的工艺方法,用上一罐原料萃取时抽出的含萃取物较低浓度的萃取液进行萃取,以减少溶剂的用量和蒸发量,本发明中,溶剂的质量用量一般是原料质量的 1 至 10 倍,根据原料中有效成份的含量不同,决定溶剂的总使用量,以完全地提取出原料中的有效成份为准,本发明中,萃取温度是根据被萃取原料中有效成份的性质决定的,萃取温度越高,萃取压力就会对应地升高,乙醇的沸点是 78.3℃,在密封的萃取罐中高于此温度时,压力就会高于一个大气压。乙醇的临界温度是 243.1℃,高于此温度乙醇将不能以液态存在,例如,在 100℃ 时萃取压力为 0.226MPa,在 120℃ 时萃取压力为 0.43MPa,在 150℃ 时萃取压力为 0.983MPa,亚临界萃取的温度控制在 78.3 ~ 243℃,萃取压力为对应萃取温度的饱和蒸气压。

[0007] 实施例 1

①:原料预处理:取 100Kg 银杏叶,去杂、清洗、晾干,粉碎至 40 目,装入萃取罐内,封闭好萃取罐,抽真空,将罐中的原料预热到 100℃;

②:萃取:打入 100℃ 浓度为 20% 的乙醇溶剂,控制原料:溶剂为 1:2,控制温度在 100℃,萃取 30 分钟后,抽出萃取液;

③:再次打入溶剂,重复②步骤 2 次;

④:第 3 次抽空萃取罐中溶剂后,不断加热,将罐内原料残渣中的乙醇蒸发出来,引入冷凝器回收乙醇溶剂。排渣,完成一次原料的亚临界乙醇萃取;

⑤:将步骤②和③抽出的萃取液打入蒸发罐,蒸发出其中的乙醇后,得到目标萃取物银杏黄酮。蒸发出的乙醇气体引入冷凝器回收乙醇溶剂。

[0008] 实施例 2:

①:原料预处理:取 100Kg 葡萄籽,粉碎至 40 目,装入萃取罐内,封闭好萃取罐,抽真空,将罐中的原料预热到 150℃;

②:萃取:打入 150℃ 浓度为 90% 的乙醇溶剂,控制原料:溶剂为 1:1,控制温度在 150℃,萃取 30 分钟后,抽出萃取液;

③:再次打入溶剂,重复②步骤 3 次;

④:第 4 次抽空萃取罐中溶剂后,不断加热,将罐内原料残渣中的乙醇蒸发出来,引入冷凝器回收乙醇溶剂。排渣,完成一次原料的亚临界乙醇萃取;

⑤:将步骤②和③抽出的萃取液打入蒸发罐,蒸发出其中的乙醇后,得到目标萃取物葡萄籽油和多酚的混合物。蒸发出的乙醇气体引入冷凝器回收乙醇溶剂。

[0009] 实施例 3:

①:原料预处理:取 100Kg 虎杖根茎,去杂、清洗、晾干,粉碎至 40 目,装入萃取罐内,

封闭好萃取罐,抽真空,将罐中的原料预热到 120℃;

②:萃取:打入 120℃浓度为 70%的乙醇溶剂,控制原料:溶剂为 1:2,控制温度在 120℃,萃取 60 分钟后,抽出萃取液;

③:再次打入溶剂,重复②步骤 1;

④:第 2 次抽空萃取罐中溶剂后,不断加热,将罐内原料残渣中的乙醇蒸发出来,引入冷凝器回收乙醇溶剂。排渣,完成一次原料的亚临界乙醇萃取;

⑤:将步骤②和③抽出的萃取液打入蒸发罐,蒸发出其中的乙醇后,得到目标萃取物虎杖苷。蒸发出的乙醇气体引入冷凝器回收乙醇溶剂。

[0010] 实施例 4:

①:原料预处理:取 100Kg 山药,去杂、清洗、晾干,切成碎片,装入萃取罐内,封闭好萃取罐,抽真空,将罐中的原料预热到 120℃;

②:萃取:打入 90℃浓度为 40%的乙醇溶剂,控制原料:溶剂为 1:2,控制温度在 90℃,萃取 40 分钟后,抽出萃取液;

③:再次打入溶剂,重复②步骤 2 次;

④:第 3 次抽空萃取罐中溶剂后,不断加热,将罐内原料残渣中的乙醇蒸发出来,引入冷凝器回收乙醇溶剂。排渣,完成一次原料的亚临界乙醇萃取;

⑤:将步骤②和③抽出的萃取液打入蒸发罐,蒸发出其中的乙醇后,得到目标萃取物山药多糖。蒸发出的乙醇气体引入冷凝器回收乙醇溶剂。

[0011] 在以上详细介绍了本发明的各种具体实施例之后,本领域的普通技术人员应可清楚地了解,依据本领域的各种公知常识,根据本发明的思路可进行各种等同变化、等同替换或简单的修改,这些均应属于本发明技术方案的范围。