

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C07J 71/00 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200910114076.6

[43] 公开日 2009 年 10 月 21 日

[11] 公开号 CN 101560240A

[22] 申请日 2009.5.18
[21] 申请号 200910114076.6
[71] 申请人 广西福园剑麻股份有限公司
地址 530021 广西壮族自治区南宁市汇春路 5
号汇春广场 23 楼 12 室
共同申请人 朱勇清 陈桂初
[72] 发明人 朱勇清 陈桂初

[74] 专利代理机构 广西南宁公平专利事务所有限
责任公司
代理人 刘小萍

权利要求书 2 页 说明书 8 页 附图 1 页

[54] 发明名称
剑麻皂素高收率的提取方法

[57] 摘要
本发明涉及剑麻皂素高收率的提取方法，该提取方法主要经过原料处理、水解、中和、提取分离、脱色、结晶、浓缩再结晶的工艺步骤，其中在水解时加入麻膏重量的 8 ~ 12 倍 3N 浓度的硫酸，并将水解温度提高到 101 ~ 105 度，使剑麻皂甙水解更加完全；在中和时采用麻膏重量的 0.9 ~ 1.3 倍的石灰乳中和后再用少量水洗涤滤饼，不但减少了剑麻皂素的流失，同时降低了因大量酸性污水而产生的环保费用；在所有过滤环节中都将滤器预热到约 60 度再快速过滤，剑麻皂素在滤渣中基本不结晶或少结晶，进一步减少了剑麻皂素的损失。采用本发明方法提取剑麻皂素，可提高剑麻皂素的总收率，平均收率超过 6%，而且产品质量符合要求。

1. 剑麻皂素高收率的提取方法，其特征在于该方法是按以下步骤进行操作的：

1) 原料处理

将刮取剑麻纤维后的废料经发酵晒干形成的麻膏粉碎至直径 2 厘米以下的颗粒备用；

2) 水解

将适量麻膏颗粒加入斜三口瓶中，慢慢倒入麻膏重量的 8~12 倍 3N 浓度的硫酸，再装上搅拌器、回流管和温度计并开动搅拌机，在适当的搅拌速度下加温至 101~105℃，在此温度下水解 4 小时，水解结束后冷却到 75℃再用预热到 60℃的过滤器具进行真空抽滤，滤液作废水处理，滤饼用少量的水洗涤后提取皂素；

3) 中和

将原麻膏重量的 0.9~1.3 倍重量浓度为 20%的石灰乳加入滤饼中拌匀反应 30 分钟，再加入麻膏重量的 3%的 783 型活性炭拌匀摊开置 85℃烘箱中烘干，制成水解物；

4) 提取分离

将干燥后的水解物粉碎成 20 目装入斜三口瓶中，加入原麻膏重量的 5 倍的体积浓度为 95%的酒精，装上搅拌器、回流管和温度计后加温搅拌，保持酒精沸点温度回流提取一小时，然后用预热到 60℃的过滤器具快速抽滤，得到的滤饼加原麻膏重量的 1.5 倍体积浓度为 95%的酒精按上述操作提取 20 分钟后快速抽滤，合并两次滤液用于脱色，弃去滤饼；

5) 脱色

将合并的滤液倒入斜三口瓶中，加入原麻膏重量的 6% 的 783 型活性碳，慢慢搅拌加温至酒精沸点温度脱色一小时，用预热到 60℃ 的过滤器具快速抽滤，滤液用于结晶；

6) 结晶

将第 (5) 步骤得出的滤液在室温下静置 24 小时后过滤得到剑麻皂素结晶物；

7) 浓缩再结晶

将第 (6) 步骤得出的滤液浓缩至三分之一，在室温下静置 24 小时后过滤，得到的剑麻皂素结晶物与第 (6) 步骤得到的结晶物合并烘干后即得到高收率的剑麻皂素，滤液用于酒精回收。

剑麻皂素高收率的提取方法

技术领域

本发明涉及一种植物皂素，特别是一种以刮取剑麻纤维后的废料（麻膏）为原料的剑麻皂素高收率的提取方法。

背景技术

以植物皂素为起始原料制备的甾体激素类药物是世界上仅次于抗生素类的第二大类药物，具有很强的抗感染、抗过敏、抗病毒和抗休克的药理作用。在国内外临床医药上广为应用，是治疗风湿病、心血管病、胶原性病症、淋巴白血病、人体器官移植、抗肿瘤、细菌性脑炎、皮肤病及内分泌失调，老年性疾病和抢救危重病症的重要用药。另外，甾体激素类药物在调节人体机能、防病抗衰老、调节脑神经、减肥、补钙保健等方面以及日用化学工业中也得到广泛应用。

一九九二年，联合国卫生组织宣布，禁止使用化学合成法生产甾体激素药物。而从动物脏器和血液中提取的皂素又会导致肥胖症和巨人症，目前只能利用从植物中提取的皂素来生产甾体激素药物。因此，植物皂素被誉为“激素之母”和“药物黄金”。而剑麻皂素就属这样的“药物黄金”。

近年来也有人从事这方面的研究，但从专利或其它文献公布的数据表明，利用剑麻麻膏提取剑麻皂素，而且收率能超过5%的提取方法尚未发现。

发明内容

本发明所要解决的技术问题是提供一种高收率的剑麻皂素提取方法。

本发明以如下技术方案解决上述技术问题：本发明剑麻皂素高收率的提取方法是按以下步骤进行操作的：

1) 原料处理

将刮取剑麻纤维后的废料经发酵晒干形成的麻膏粉碎至直径 2 厘米以下的颗粒备用；

2) 水解

将适量麻膏颗粒加入斜三口瓶中，慢慢倒入麻膏重量的 8~12 倍 3N 浓度的硫酸，再装上搅拌器、回流管和温度计并开动搅拌机，在适当的搅拌速度下加温至 101~105℃，在此温度下水解 4 小时，水解结束后冷却到 75℃再用预热到 60℃的过滤器具进行真空抽滤，滤液作废水处理，滤饼用少量的水洗涤后提取皂素；

3) 中和

将原麻膏重量的 0.9~1.3 倍重量浓度为 20%的石灰乳加入滤饼中拌匀反应 30 分钟，再加入麻膏重量的 3%的 783 型活性炭拌匀摊开置 85℃烘箱中烘干，制成水解物；

4) 提取分离

将干燥后的水解物粉碎成 20 目装入斜三口瓶中，加入原麻膏重量的 5 倍的体积浓度为 95%的酒精，装上搅拌器、回流管和温度计后加温搅拌，保持酒精沸点温度回流提取一小时，然后用预热到 60℃的过滤器具快速抽滤，得到的滤饼加原麻膏重量的 1.5 倍体积浓度为 95%的酒精按上述操作提取 20 分钟后快速抽滤，合并两次滤液用于脱色，弃去滤饼；

5) 脱色

将合并的滤液倒入斜三口瓶中，加入原麻膏重量的 6% 的 783 型活性炭，慢慢搅拌加温至酒精沸点温度脱色一小时，用预热到 60℃ 的过滤器具快速抽滤，滤液用于结晶；

6) 结晶

将第 (5) 步骤得出的滤液在室温下静置 24 小时后过滤得到剑麻皂素结晶物；

7) 浓缩再结晶

将第 (6) 步骤得出的滤液浓缩至三分之一，在室温下静置 24 小时后过滤，得到的剑麻皂素结晶物与第 (6) 步骤得到的结晶物合并烘干后即得到高收率的剑麻皂素，滤液用于酒精回收。

本发明在不增加生产成本的条件下通过采取在水解时控制温度使水解完全，在中和时采用石灰乳中和，以及在所有过滤环节中将滤具预热的有效措施，可提高剑麻皂素的总收率，平均收率超过 6%，而且产品质量符合要求。

附图说明

图 1 是本发明剑麻皂素高收率提取方法的工艺流程图。

具体实施方式

从剑麻麻膏中提取剑麻皂素实质是将植物中溶于水的剑麻皂甙通过水解分解为不溶于水的剑麻皂甙元即剑麻皂素，然后再提取分离。因此在实施过程中，在水解环节时加入重量为麻膏重量的 8~12 倍 3N 浓度的硫酸，将水解温度提高到 101~105℃，有利于剑麻皂甙水解更加完全；在中和环节时采用重量为麻膏重量的 0.9~1.3 倍重量浓度为 20% 的石灰乳中和滤饼，再用少量的水洗涤滤饼，其用水量仅为完全用水将滤饼洗至中性的用水量的 6.7%~7.7%，

不但减少了剑麻皂素的流失，同时降低了因大量酸性污水而产生的环保费用；在所有过滤环节中都将滤器预热到约 60℃，并在保持温度的状态下快速过滤，使剑麻皂素在滤渣中基本不结晶或少结晶，以进一步减少了剑麻皂素的损失。

所述石灰乳是用 2 公斤生石灰慢慢加入到 8 公斤水中，反应完全后取乳化部分使用。

本发明剑麻皂素高收率的提取方法主要是在水解时适当提高水解温度，使水解更加完全，将抽滤后的滤饼用石灰乳中和，可避免部分剑麻皂素流失，同时所有过滤环节中均要求将滤具预热，保持过滤体系的温度可防止剑麻皂素在滤渣中结晶，造成收率的损失。通过以上技术措施可有效提高剑麻皂素的总收率，平均收率均超过 6%，而且产品质量符合要求。

实施例 1

它的操作步骤如下：

1) 量取 1836 毫升水置烧杯中，另量取 164 毫升浓硫酸在搅拌下慢慢加入水中，制成 3N 浓度的稀硫酸。

2) 原料取来自湛江地区大机剑麻纤维生产线排出的废渣废水经发酵晒干后的麻膏，将无霉变、无泥沙的成块麻膏粉碎至直径 2 厘米以下的颗粒备用。

取上述麻膏颗粒 200 克置于容量为 2000 毫升的斜三口瓶中，装上搅拌器和回流冷凝管并开通冷凝水，从装温度计的瓶口慢慢加进 1600 毫升 3N 浓度的硫酸，再装上温度计。然后开动搅拌器并加热至 105℃，调整搅拌速度使水解泡沫刚好不溢出瓶口为宜，将温度控制在 105℃水解 4 小时，然后冷却到 75℃。将预热到 60℃的沙氏漏斗装上滤纸安装在真空抽滤器上，快速抽滤，再用 200 毫升水对滤饼进行初步洗涤后用于提取皂素。

3) 将滤饼倒在瓷盘上加 180 毫升石灰乳搅拌均匀并反应 30 分钟, 再加 6 克 783 型活性炭拌匀摊开置 85℃烘箱中烘干, 制成水解物。

4) 将干燥的水解物粉碎至 20 目加入容量为 2000 毫升的斜三口瓶中, 装上搅拌器和回流冷凝管并开通冷凝水, 从装温度计的瓶口慢慢加进 1000 毫升体积浓度为 95%的酒精, 再装上温度计。开动搅拌器并加热至酒精沸点温度回流提取 1 小时。将预热到 60℃的沙氏漏斗装上滤纸安装在真空抽滤器上, 快速抽滤。将滤饼再倒入斜三口瓶中, 加 300 毫升体积浓度为 95%的酒精, 按以上方法提取 20 分钟并抽滤, 合并两次滤液用于脱色, 弃去滤饼。

5) 将滤液倒入斜三口瓶, 在搅拌状态下加温至酒精沸点温度, 回流。称定 12 克 783 型活性炭, 在搅拌状态下从放温度计的瓶口用漏斗慢慢加入脱色一小时, 将过滤器具(漏斗、滤瓶)置烘箱中预热至 60℃, 快速过滤, 滤渣(主要成分为活性炭)经活化后可重复使用, 滤液用来结晶。

6) 将第 5) 步骤所得滤液在室温下静置 24 小时, 室温过滤, 得剑麻皂素结晶物。

7) 将第 6) 步骤得出的滤液浓缩至三分之一, 在室温下静置 24 小时后过滤, 得到的剑麻皂素结晶物与第 6) 步骤得到的结晶物合并置于 80℃恒温下烘干 8 小时, 烘干后得到剑麻皂素 12.2 克, 收率达 6.1%。滤液用于酒精回收。

实施例 2

它的操作步骤如下:

1) 量取 1836 毫升水置烧杯中, 另量取 164 毫升浓硫酸在搅拌下慢慢加入水中, 制成 3N 浓度的稀硫酸。

2)将直径2厘米以下的麻膏颗粒200克置于容量为3000毫升的斜三口瓶中,装上搅拌器和回流冷凝管并开通冷凝水,从装温度计的瓶口慢慢加入2000毫升3N浓度的硫酸,再装上温度计。开动搅拌器并加热至101℃,调整搅拌速度使水解泡沫刚好不高于瓶口为宜。将温度控制在101℃水解4小时,然后冷却到75℃,将预热到60℃的沙氏漏斗装上滤纸安装在真空抽滤器上,快速抽滤。再用200毫升水对滤饼进行初步洗涤后用于提取皂素。

3)将滤饼倒在瓷盘上加220毫升石灰乳搅拌均匀并反应30分钟,再加6克783型活性炭拌匀摊开置85℃烘箱中烘干,制成水解物。

4)将干燥的水解物粉碎至20目加入容量为2000毫升的斜三口瓶中,装上搅拌器和回流冷凝管并开通冷凝水,从装温度计的瓶口慢慢加进1000毫升体积浓度为95%的酒精,再装上温度计。开动搅拌器并加热至酒精沸点温度回流提取1小时。将预热到60℃的沙氏漏斗装上滤纸安装在真空抽滤器上,快速抽滤。将滤饼再装入斜三口瓶中,加300毫升体积浓度为95%的酒精,按以上方法提取20分钟并抽滤。合并两次滤液用于脱色,弃去滤饼。

5)将滤液倒入斜三口瓶,在搅拌状态下加温至酒精沸点温度,回流。称定12克783型活性炭,在搅拌状态下从放温度计的瓶口用漏斗慢慢加入脱色一小时,将过滤器具(漏斗、滤瓶)置烘箱中预热至60℃,快速过滤。滤渣(主要成分为活性炭)经活化后可重复使用,滤液用来结晶。

6)将第5)步骤所得滤液在室温下静置24小时,室温过滤,得剑麻皂素结晶物。

7)将第6)步骤得出的滤液浓缩至三分之一,在室温下静置24小时后过滤,得到的剑麻皂素结晶物与第6)步骤得到的结晶物合并置于80℃恒温下

烘干 8 小时，烘干后得到剑麻皂素 12.0 克，收率达 6%。滤液用于酒精回收。

实施例 3

它的操作步骤如下：

1) 量取 2754 毫升水置烧杯中，另量取 246 毫升浓硫酸在搅拌下慢慢加入水中，制成 3N 浓度的稀硫酸。

2) 将直径 2 厘米以下的麻膏颗粒 200 克置于容量为 3000 毫升的斜三口瓶中，装上搅拌器和回流冷凝管并开通冷凝水，从装温度计的瓶口慢慢加进 2400 毫升 3N 浓度的硫酸，再装上温度计。开动搅拌器并加热至 103℃，调整搅拌速度使水解泡沫刚好不高于瓶口为宜。将温度控制在 103℃水解 4 小时，然后冷却到 75℃，将预热到 60℃的沙氏漏斗装上滤纸安装在真空抽滤器上，快速抽滤。再用 200 毫升水对滤饼进行初步洗涤后用于提取皂素。

3) 将滤饼倒在瓷盘上加 260 毫升石灰乳搅拌均匀并反应 30 分钟，再加 6 克 783 型活性炭拌匀摊开置 85℃烘箱中烘干，制成水解物。

4) 将干燥的水解物粉碎至 20 目加入容量为 2000 毫升的斜三口瓶中，装上搅拌器和回流冷凝管并开通冷凝水，从装温度计的瓶口慢慢加进 1000 毫升体积浓度为 95%的酒精，再装上温度计。开动搅拌器并加热至酒精沸点温度回流提取 1 小时。将预热到 60℃的沙氏漏斗装上滤纸安装在真空抽滤器上，快速抽滤。将滤饼装入斜三口瓶中，加 300 毫升体积浓度为 95%的酒精，按以上方法提取 20 分钟并抽滤。合并两次滤液用于脱色，弃去滤饼。

5) 将滤液倒入斜三口瓶，在搅拌状态下加温至酒精沸点温度，回流。称定 12 克 783 型活性炭，在搅拌状态下从放温度计的瓶口用漏斗慢慢加入脱色

一小时，将过滤器具（漏斗、滤瓶）置烘箱中预热至 60℃，快速过滤。滤渣（主要成分为活性炭）经活化后可以重复使用，滤液用来结晶。

6) 将第 5) 步骤所得滤液在室温下静置 24 小时，室温过滤，得剑麻皂素结晶物。

7) 将第 6) 步骤得出的滤液浓缩至三分之一，在室温下静置 24 小时后过滤，得到的剑麻皂素结晶物与第 6) 步骤得到的结晶物合并置于 80℃恒温下烘干 8 小时，烘干后得到剑麻皂素 12.3 克，收率达 6.15%。滤液用于酒精回收。

