

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

B01D 11/00

B01D 11/02



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 03117942.8

[43] 公开日 2004 年 11 月 24 日

[11] 公开号 CN 1548206A

[22] 申请日 2003.5.23 [21] 申请号 03117942.8

[71] 申请人 中国科学院地球化学研究所

地址 550002 贵州省贵阳市观水路 46 号

共同申请人 贵州中科绿金生物科技有限公司

[72] 发明人 莫彬彬 刘毅 田弋夫 余德顺

杨军 万固存 代明权

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

[54] 发明名称 一种使用夹带剂提高超临界二氧化碳萃取效率的方法

[57] 摘要

本发明涉及一种使用夹带剂提高超临界二氧化碳萃取植物有效成分效率的方法，其工艺特征为：将粉碎的植物原料与适量的夹带剂混合均匀、投入萃取釜中，在一定的温度、压力下先进行静态浸泡，再进行动态萃取，并采用双釜或多釜交替进行，该法适用于萃取植物原料中弱极性和中等极性的有效成分，具有萃取压力、萃取温度低，夹带剂用量少且无需夹带剂泵及相应设备，省时、省气（CO₂），提取率高，设备投资和运行成本相对较低的优点。

1、一种使用夹带剂提高超临界二氧化碳萃取植物有效成分效率的方法，其特征在于在萃取物料投入萃取釜前，将夹带剂与粉碎的物料混合均匀，夹带剂为带一定极性的溶剂，如乙醇、甲醇、丙酮、乙酸乙酯等。

2、根据权利要求1所述的方法，其特征在于投料后先将物料在一定的压力、温度下进行静态浸泡，然后再进行动态萃取，萃取压力为8~25MPa，萃取温度为30~60℃。

3、根据权利要求1和2所述的方法，其特征在于采用双釜或多釜交叉重叠进行萃取，即在第一萃取釜进行动态萃取前，将已投料的第二萃取釜升到预定压力、温度下进行静态浸泡，双釜或多釜交替进行。

一种使用夹带剂提高超临界二氧化碳萃取效率的方法

本发明涉及一种超临界二氧化碳萃取植物有效成份的方法，具体而言是一种使用夹带剂提高超临界二氧化碳萃取植物有效成份效率的方法。

超临界二氧化碳萃取技术是一种绿色环保型新技术，该技术是利用二氧化碳在超临界状态下类似有机溶剂性质的萃取功能来进行物质有效成分提取和分离的一种先进技术。超临界二氧化碳是指压力和温度在临界点（7.38MPa，31.3℃）之上的一种特殊的二氧化碳流体，其具有接近气体粘度（扩散性较强）和液体密度（溶解性较强）的特殊性质，对非极性和弱极性成分具有较好的溶解性，并且溶解度可随压力、温度的变化而变化，因此可以通过调节压力和温度来提取、分离植物中的有效成分。由于萃取温度低，且在惰性的二氧化碳中进行萃取，避免了高温分解和氧化，超临界二氧化碳萃取技术非常适合于萃取植物类的热敏性天然产物。

超临界 CO₂ 萃取技术具有下列几个突出的优点：

- 1.用超临界 CO₂ 萃取出的产物没有溶剂残留。
- 2.由于萃取温度低，有利于热敏性物质生物活性的保留。
- 3.超临界 CO₂ 的萃取能力取决于流体的密度，因此可以很容易地通过萃取条件（压力、温度）的改变来实现选择性提取。
- 4.超临界 CO₂ 渗透力强，因此比用普通方法提取时间大大缩短。
- 5.CO₂ 无臭，化学性能稳定，并且 CO₂ 可以循环使用，因此 CO₂ 的使用不会对环境造成污染，该技术符合环保要求；由于 CO₂ 为惰性，萃取过程避免了目标产物的氧化。
- 6.CO₂ 价廉易得，不易燃易爆，比有机溶剂提取安全。
- 7.CO₂ 与产物之间的分离十分容易，节省能源。

由于具有这些突出的优点，该项技术在当代食品、保健品、药品、香料等领域被广泛应用，尤其在生物资源的开发与利用、中药有效成份提取和精制方面更是具有广阔前景。

由于超临界二氧化碳萃取技术具有优于传统提取分离技术的特点而受到广泛关注。从植物中提取、分离有效药用成分是目前超临界 CO₂ 流体萃取技术在医药行业中应用得较多的一个领域。

植物种类繁多，成分复杂，各种成分的性质差异很大，从提取和精制的角度出发，按亲脂性（极性）大小可将植物成分划分为以下几类：强亲脂性（无极性）物质、亲脂性（弱极性）物质、弱亲脂性（中极性）物质、亲水性（强极性）物质，超临界 CO₂ 适合于萃取非极性至中极性的植物有效成分。超临界 CO₂ 的性质类似于非极性溶剂，因此对于植物中的强亲脂性成分有很好的萃取效果，并早已得到成功的应用。植物中的亲脂性和弱亲脂性成分有苷元、生物碱、树脂、醛、酮、醇、醌、酚、有机酸以及某些苷类，这些成分是植物中具有药用生物活性的重要成分，过去认为超临界 CO₂ 很难萃取这类成分，现在通过大幅度提高萃取压力或加入夹带剂的方法，较好地解决了这一难题，具体办法是：1、将萃取压力提高，一般达到 40MPa 以上，使目标成分的在 CO₂ 中的溶解度提高；2、通过夹带剂泵和混合器在超临界 CO₂ 中加入带一定极性的溶剂（即所谓的夹带剂），改变 CO₂ 流体极性环境，从而提高目标成分在 CO₂ 流体中的溶解度。提高萃取压力将使设备的投资成本和萃取成本增加，一般使用夹带剂的方法需要配置夹带剂泵及相应设备从而增加投资成本。

目前在超临界 CO₂ 流体中加入夹带剂的方法，是在 CO₂ 进入萃取釜前与夹带剂按一定比例混合，再进入萃取釜中进行动态萃取。此法由于 CO₂ 和夹带剂是动态流过物料，流体不能与物料充分且均匀地接触，远未达到饱和即流走，故消耗的夹带剂量较多，萃取时间相对较长，此方法在萃取过程中易出现沟流，导致局部物料萃取不完全。

本发明提出一种使用夹带剂提高超临界 CO₂ 萃取植物有效成分效率的方法，该方法具有下列突出特点：1、无需夹带剂泵及相应设备，减少了设备投资。2、进料前将夹带剂与物料均匀混合，夹带剂用量少（与物料的重量比仅为 0.3~1.5:1），提取率高。3、所使用的萃取压力较低，一般不高于 25MPa，从而降低了对设备的要求，减少投资，所使用的温度较低，一般在 30~60℃。4、采用静态浸泡和双釜或多釜交叉重叠进行萃取，省时、省气（CO₂），减轻劳动强度，提高生产效率。

说明书附图是本发明使用夹带剂提高超临界 CO₂ 萃取植物有效成分效率的

工艺流程图。

本发明实施步骤为：以乙醇、甲醇、丙酮或乙酸乙脂等带一定极性的溶剂为夹带剂，将植物原料粉碎后与适量的夹带剂混合均匀，投入萃取釜 I 6 中，二氧化碳从气瓶 1 放出，经冷柜 2 进入储罐 3，通过热水循环加热萃取釜 I 6、分离釜 I 8 至预定温度后，启动柱塞泵 4 将储罐 3 中二氧化碳经加热器 5 打入萃取釜 I 6 中，至预定压力后，停泵，在预定的压力、温度下静态浸泡一段时间后启动柱塞泵 4，将溶液萃出，在分离釜 I 8 中分离，二氧化碳经分离釜 II 10、冷柜 2 至储罐 3，循环使用，溶液从分离釜 I 8 底部阀 9 接出，经过相应后处理得到目标产物，夹带剂可回收使用。在萃取釜 I 6 进行动态萃取前，将已投料的萃取釜 II 7 升到预定的压力、温度下进行静态浸泡，双釜或多釜交叉重叠进行萃取。

本发明适用于从植物原料中提取苷元、生物碱、树脂、醛、酮、醇、醌、酚、有机酸和某些苷类等有效成分。现举例说明如下

实施例 1

将 10kg 牡丹皮粉碎后与 95%食用乙醇 3~5kg 混合均匀，投入萃取釜 I 中，萃取温度升至 35~55℃，打入 CO₂ 将萃取釜压力升至 9~18MPa，停泵，静态浸泡 20~40 分钟，再进行动态萃取 20 分钟，从分离釜 I 底部阀接出溶液，经过浓缩、洗涤、干燥得到丹皮酚，纯度为 80~95%，提取率大于 85%；在萃取釜 I 进行动态萃取前，将已投料的萃取釜 II 升到预定的压力、温度下进行静态萃取，双釜交替进行。

实施例 2

将 10kg 经榨油后的印楝种仁粉碎后与 8~10kg 95%食用乙醇混合均匀，投入萃取釜 I 中，萃取温度升至 35~55℃，打入 CO₂ 将萃取釜压力升至 9~25MPa，停泵，静态浸泡 20~50 分钟，再进行动态萃取 20 分钟，从分离釜 I 底部阀接出溶液，经过浓缩、干燥得到印楝素浸膏，印楝素含量为 10~20%，提取率大于 85%；在萃取釜 I 进行动态萃取前，将已投料的萃取釜 II 升到预定的压力、温度下进行静态萃取，双釜交替进行。

