

(19) 中华人民共和国国家知识产权局



(12) 发明专利说明书

(10) 申请公布号 CN 1443591 A

(43) 申请公布日 2003. 09. 24

(21) 申请号 CN02106355. 9

(22) 申请日 2002. 03. 09

(71) 申请人 杭州春江自动化研究所

地址 310004 浙江省杭州市天时苑 11 幢 1-302

(72) 发明人 肖杰明

(74) 专利代理机构 杭州九洲专利事务所有限公司

代理人 俞润体

(51) Int. CI

B01D11/02

权利要求说明书说明书 幅图

(54) 发明名称

动态循环阶段连续逆流提取工艺

(57) 摘要

一种动态循环阶段连续逆流提取工艺，其特征在于有若干组提取单元，各单元物料中有效成份含量和溶剂中有效成份含量依次为递减，整个提取过程分为和单元数相等的阶段连续进行，每个单元进行各自独立的提取作业，当某一阶段提取过程结束时： 1)有效成份被提净的单元：进行排渣和加料作业； 2)其它未提净的单

元：有效成份被提净单元的下一单元之饱和溶剂排至后道浓缩工序；不饱和溶剂按有效成份含量递减的反方向隔一个的单元进行单元组数减 1 次的迁移；新鲜溶剂加入到无溶剂的单元；3)前 1)、2)步骤完成后各单元重复下一个过程。本发明能最大限度地提取物料中的有效成份，缩短提取时间和降低溶剂用量，经济效益十分明显。

法律状态

法律状态公告日	法律状态信息	法律状态
2022-03-25	专利权有效期届满 IPC(主分类):B01D11/02 专利号:ZL021063559 申请日:20020309 授权公告日:20051026	专利权的终止

权 利 要 求 说 明 书

1、一种动态循环阶段连续逆流提取工艺，其特征在于有若干组提取单元，各单元物料中有效成份含量和溶剂中有效成份含量依次为递减，整个提取过程分为和单元数相等的阶段连续进行，每个单元进行各自独立的提取作业，当某一阶段提取过程结束时：

1)有效成份被提净的单元：进行排渣和加料作业；

2)其它未提净的单元：有效成份被提净单元的下一单元之饱和溶剂排至后道浓缩工序；不饱和溶剂按有效成份含量递减的反方向隔一个的单元进行单元组数减 1 次的迁移；新鲜溶剂加入到无溶剂的单元；

3)前 1)、2)步骤完成后各单元重复下一个过程。

2、根据权利要求 1 所述的提取工艺，其特征在于所述的提取单元组数为 4~9 组。

3、根据权利要求 1 或 2 所述的提取工艺，其特征在于，阶段提取时间 t 为 0.5~5 小时，溶剂用量 e 为物料重量的 3~6 倍，物料尺寸 d 小于 15mm 的颗粒状或片状。

4、根据权利要求 1 或 2 所述的提取工艺，其特征在于采用液体湍流式动态提取工艺，即溶剂用泵从提取罐底部打入，在提取罐顶部溢出。

5、根据权利要求3所述的提取工艺，其特征在于采用液体湍流式动态提取工艺，即溶剂用泵从提取罐底部打入，在提取罐顶部溢出。

说明书

技术领域

本发明涉及在动植物中提取有效成份(如药效成份)的工艺，具体是一种动态循环阶段连续逆流提取工艺，可以广泛使用于制药、化工、食品加工等领域。

背景技术

现有的中药提取工艺，通常采用煎煮、浸渍、热回流等提取方法，大多应用单个提取罐进行提取作业，一般需进行 2~3 次提取，溶剂用量高达药材重量的 10 倍以上，提取温度高达溶剂的沸点。主要存在以下问题：①过高的温度会导致淀粉的过分裂解糊化和药材中与溶剂共沸蒸馏成份的损失，增加非有效成份含量，降低产品质量，不适合热敏性有效成份的提取。②单个提取罐进行多次间歇式提取作业和使用大量的溶剂，不仅生产效率低下，而且大大地增加了后续浓缩的能耗，对于采用有机溶剂提取，更会大幅度地增加生产成本。③无论是煎煮、浸渍还是热回流提取方法，药材与溶剂保持相对的静止状态，以及药材与溶剂中的有效成份在接近平衡时有效成份的浓度差小，导致提取时间长、有效成份提取率低，浪费宝贵的药材资源，据中国专利 93237130.2 98230191.X 介绍，即使反复煎煮 5~8 之多，也只有提取 50% 的有效成份。为了提高有效成份提取率，往往采用延长提取时间、增加溶剂用量和提高提取温度，但延长提取时间会影响生产效率，增加溶剂用量会提高生产成本。

中国专利 95104823.6 96119720.X、97247550.8 98230191.X、99232171.9 00219081.8 等，介绍了动态、连续、逆流、超声波等提取技术和方法，在一定程度上提高了提取生产效率、有效成份提取率，降低生产成本，但不能从根本上进一步提高药材中有效成份的溶出速度，降低溶剂用量和提取温度，有效成份的提取率仍然较低，上料或排渣以人工方式为主，不能实现真正意义上的全封闭生产作业，部分技术和方法在实施过程中存在着许多难以解决的技术问题，如采用有机溶剂作提取溶媒，在不能实现全封闭提取作业的情况下，降低了生产环境的安全性，采用螺

杆式连续逆流提取，缩短了物料与溶剂接触的时间，影响有效成份提取率，机械传动中的润滑油会污染提取液，等等。

发明内容

本发明需要解决的技术问题是，克服背景技术的不足，提供一种新的动态循环阶段连续逆流提取工艺和设备，通过科学的排列组合方式，提供了多个提取单元之间合理的浓度梯度(物料和溶剂)排列和相应的流程配置，以及包括物料颗粒尺寸和提取单元组数等技术参数，最大限度地提取物料中的有效成份，缩短提取时间和降低溶剂用量，并为实现自动化和全封闭提取生产作业、适应多种溶剂提取、降低提取温度以及最大限度地提高有效成份提取率等提供了切实可行的实施方案。

本发明的动态循环阶段连续逆流提取工艺，其特征在于有若干组提取单元，各单元物料中有效成份含量和溶剂中有效成份含量依次为递减(或递增)，整个提取过程分为和单元数相等的阶段连续进行，每个单元进行各自独立的提取作业，当某一阶段提取过程结束时：1)有效成份被提净的单元：进行排渣和加料作业；2)其它未提净的单元：被提净单元的下一单元之饱和溶剂排至后道浓缩工序；不饱和溶剂按有效成份含量递减的反方向隔一个的单元进行单元组数减1次的迁移；新鲜溶剂加入到无溶剂的单元；3)前1)、2)步骤完成后各单元重复下一个过程。

各单元物料中有效成份含量和溶剂中有效成份含量依次也可以递增，则文中相应描述相反。

所述的提取单元包括提取罐、泵、阀门和连接管道。当提取罐容积较小时，可以并设储液罐作过渡。

所述的提取单元组数一般为4~9组。不饱和溶剂隔一个单元迁移，是为了增加物料与溶剂中有效成份的浓度差，提高提取效率。

所述的阶段提取时间 t 为 0.5~5 小时，溶剂用量 e 为物料重量的 3~6 倍，物料为颗粒状或片状，其尺寸 d 小于 15mm，以不堵塞筛网为宜。提取单元组数、阶段提取时间 t 、提取温度 T 、溶剂用量 e 和多角形颗粒状或片状原料尺寸 d ，根据不同物料的特性由实验进行参数优化，在实验的基础上确定最佳生产工艺技术参数。

采用液体湍流式动态提取工艺，即溶剂用泵从提取罐底部打入，在提取罐顶部溢出。溶剂在流经提取罐内颗粒状物料时产生湍流状，构成液体湍流式动态循环提取，也可用泵将物料与溶剂抽出提取罐外再打入提取罐内，构成自循环动态提取，或采用由磁力或电机驱动的机械搅拌式动态提取，磁力或电机可以作正反转驱动；将一定比例的物料和溶剂用泵送入提取罐，实现自动加料作业，用溶剂将提取罐内的料渣由泵排出提取罐外，实现自动排渣作业；提取过程可以在常温下进行，也可以在可控温或恒温的加温状态下进行；提取罐内可以安装超声换能装置，以加快分子运动速度，提高提取效率。

本发明的优点在于以下几个方面：

①采用了阶段连续逆流的方法和多个提取单元组成阶段连续逆流提取工艺流程，确保各提取单元的物料与溶剂均保持了较大的有效成份浓度差，大大增加了提取推动力，加快了提取速率，提高了最终溶剂有效成份的浓度，降低后续浓缩能耗，同时可有效地控制料渣中有效成份的含量，确保物料中的有效成份被提净，具有有效成份提取率高的优点。事实上每个提取单元的溶剂参与了对所有提取罐内物料的提取，每个提取罐的原料均被所有溶剂提取，通过溶剂的反复套用，降低了溶剂对物料的绝对用量，无论是单位物料的溶剂用量还是单位溶剂提取的物料，均大幅度增加，是进行高效低耗提取作业的关键所在。以 5 个提取单元为例，如溶剂对物料的绝对用量为 4 倍量，单位物料的溶剂用量为 20 倍量，单位溶剂提取了 1.25 倍量的物料，比常规提取(按 10 倍量计)增加 1 倍的相对溶剂用量，实际节约溶剂达 2.5 倍物料重量，降低浓缩能耗 50% 以上。

②将物料加工成多角形颗粒状或片状原料，增加了物料的比表面积，大大缩短了有效成份从物料内部迁移至表面的时间，从而进一步加快了提取速率，使得阶段连续逆流提取工艺更具高效低耗的优点，同时还为实现管道化自动加料和排渣、全封闭提取生产作业提供了可靠的保证。

③采用液体湍流式、自循环或机械搅拌式动态提取技术，提高了有效成份从物料表面扩散到溶剂的速度，实现提取过程中物料与溶剂中的有效成份快速平衡，缩短提取时间。

④采用了上述科学、合理的方法和技术，有效成份提取率在与常规提取相同的情况下，可降低提取温度，避免物料中淀粉的过分裂解糊化和与溶剂共沸蒸馏成份的损失，适合热敏性有效成份的提取，对于不能采用加温方式进行提取作业或采用有机溶媒进行提取的物料，提取效率将成倍提高。

⑤采用了上述科学、合理的方法和技术，有效成份提取率在与常规提取相同的情况下，可降低提取温度，避免物料中淀粉的过分裂解糊化和与溶剂共沸蒸馏成份的损失，适合热敏性有效成份的提取，对于不能采用加温方式进行提取作业或采用有机溶媒进行提取的物料，提取效率将成倍提高，还可大幅度降低提取成本。

附图说明

图 1 为提取工艺流程图，其中物料以○表示，溶剂以□表示，有效成分以■表示(■表示比■多一档)，溶剂迁移路线以↓表示，物料及溶剂进出以↓表示；图中以 5 个提取单元为例(系经过多个过程后建立起来的)，图 1 展示了提取‘过程一(P1)’至‘过程五(P5)’各提取单元溶剂迁移路线、进料和排渣、加入新鲜溶剂和提取液导出等操作规律，其中‘过程六(P6)’及以后的四个提取过程为‘过程一(P1)’至‘过程五(P5)’的重复。

图 2 为动态循环阶段连续逆流提取设备工作原理图;

图 3 至图 7 为有效成份浓度梯度示意图。分别为图 1 在“过程一”至“过程五”各提取单元内物料和溶剂中有效成份变化的规律，其中 A、B、C、D、E 表示 5 个提取单元，0h~6h 表示每个提取单元在提取开始和结束时物料或溶剂中有效成份含量，上部曲线和下部曲线分别表示物料和溶剂有效成份变化路线。

<mode-for-invention><p>具体实施方式

下面结合实施例和附图对本发明作进一步描述。

1.设备组成。

成套设备由 A、B、C、D、E 5 个相同的动态循环提取单元组成，通过总管 K 连接，见图 2。提取单元 A 由提取罐 2，贮液罐 3，循环泵 6，阀门 4、5、8，管道 1、7 等组成。循环泵 6 的进口通过进液管道 7 与贮液罐 3 的底连接，循环泵 6 的出口通过阀门 4、5 分别与提取罐 2 的下封头和总管 K 连接，提取罐 2 的上封头通过管道 1 与贮液罐 3 连接，贮液罐 3 通过阀门 8 与总管 K 连接，管道连接可采用市售卡箍式快装接头，便于拆卸和清洗。

2.操作方法和工艺流程

物料准备：将需要提取的原料加工成大小基本均匀的颗粒状，除去细粉，以免滤网堵塞，再将颗粒状物料用 1.5~2 倍物料重量的溶剂浸润(溶剂用量以物料浸湿为限)，待用。

阶段提取：见图 2，操作工序为图 1 过程一的提取开始与提取结束之间，启动循环泵 6，打开阀门 4，溶剂自贮液罐 3 向提取罐 2 的下封头流入，通过桶体 17 内的颗

粒物料，从提取罐 2 的上封头流出，经过管道 1 流回贮液罐 3 待泵出。在提液罐 2 内进行液体湍流式动态提取，经过提取时间 T 后，关闭循环泵 6，溶剂从下封头、阀门 4、循环泵 6、进液管道 7 自动流回贮液罐 3，最后关闭阀门 4。此阶段中，5 个单元同时按上述工序独立进行，只不过每个单元中的物料有效成份含量和溶剂中有效成份含量不同(依次递减)。

排渣装料：先排渣，见图 1 过程一的提取结束，拧开单元 E 的提取罐 E2 下封头，取出料渣，关闭下封头。后装料：见图 1 过程二的提取开始，拧开单元 E 的提取罐 E2 上封头，将经浸润的物料装入提取罐 E2，盖好上封头。此工序仅涉及有效成份被提净的 E 单元。

饱和溶剂迁移：图 1 过程一的提取结束，启动单元 A 的循环泵 A6，打开阀门 A5，饱和溶剂经过总管 K 迁移至后续浓缩工序，迁移完毕关闭循环泵 A6 和阀门 A5。此饱和溶剂的迁移仅涉及溶剂已经饱和的 A 单元(即被提净单元 E 的下一单元)，其它单元无涉。

不饱和溶剂迁移：见图 1 过程一的提取结束和过程二的提取开始。C 单元→A 单元迁移(简化为 C→A，下同)，启动单元 C 的循环泵 C6，打开阀门 C5 和 A8，溶剂自贮液罐 C3 经过总管 K 迁移至贮液罐 A3，迁移完毕关闭循环泵 C6、阀门 C5 和 A8。E→C 迁移，启动单元 E 的循环泵 E6，打开阀门 E5 和 C8，溶剂自贮液罐 E3 经过总管 K 迁移至贮液罐 C3，迁移完毕关闭循环泵 E6、阀门 E5 和 C8。B→E 迁移，启动单元 B 的循环泵 B6，打开阀门 B5 和 E8，溶剂自贮液罐 B3 经过总管 K 迁移至贮液罐 E3，迁移完毕关闭循环泵 B6、阀门 B5 和 E8。D→B 迁移，启动单元 D 的循环泵 D6，打开阀门 D5 和 B8，溶剂自贮液罐 D3 经过总管 K 迁移至贮液罐 B3，迁移完毕关闭循环泵 D6、阀门 D5 和 B8。不饱和溶剂的迁移共涉及其余四个单元，其迁移遵循一个规律：即按有效成份含量递减的反方向迁移至隔一个的单元。

装溶剂：见图 1 过程二的提取开始，打开单元 D 的阀门 D8，新鲜溶剂从总管 K 流

入贮液罐 D3，装毕关闭阀门 D8。

3.结果举例。以中药材鸡血藤为原料，将鸡血藤加工成颗粒状，过 8 目筛，筛去 20 目以下的细粉，提取溶剂为乙醇，用热回流和动态循环阶段连续逆流提取，结果如下：

项目名称	热回提取	动态循环阶段 连续逆流提取
提取温度	70℃	常温 (约 20℃)
乙醇浓度 (%)	95	95
提取单元组数	1	5
提取方法	将乙醇分三次对同一批原料提取	本发明
浸膏粉提取率	27.09	25.3
每 kg 药材使用乙醇倍数	10.16	4
每 kg 药材提取时间 (小时)	7.28	3.38
有效成份合格率	60	100

4.结果讨论

从上述结果可以看出，降低提取温度是提高产品合格率的关键所在，热回流提取的浸膏粉提取率高于本发明，但由于在加温过程中大量淀粉的溶出，导致有效成份合格率降低。采用本发明的优点还在于，提高了饱和溶剂的浓度，降低后续浓缩能耗，缩短提取时间，大量地节约了溶剂用量，降低生产成本。按每天提取 1000kg 原料计 (属小型提取生产)，仅节约乙醇达 3900kg，计价值约 2 万元。因此，本发明的实施必将产生巨大的社会效益和经济效益。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/126144034223011025>