

## 萃提技术在皂素生产中的应用\*

TQ461

刘锡葵 吕春朝 杨崇仁  
(中国科学院昆明植物研究所 昆明 650204)关键词 萃取 萃取方程 薯蓣皂素 工艺 收率  
中图分类号 O629.9

皂素

天然产物的提取是一个复杂的过程。当溶剂加入到植物原料中时,在溶剂的扩散和渗透作用下,渗透至原料的内部,将原料中可溶性物质进行溶解,从而造成内部及其吸附溶剂和外部溶剂的浓度不一致,存在一定的化学势差,三者之间不断地进行交换,直至它们的化学势趋于一致,内外溶液的浓度达到一种动态平衡,此时原料、吸附溶液和外部溶液的浓度基本保持恒定,溶剂提取达到最大效能<sup>[1,2]</sup>。将该溶液滤出,破坏它们之间的平衡,重新加入新的溶剂促使它们之间进行新的交换,建立一种新的平衡体系,并不断地破坏它们,从而不断地将原料中的成分溶出,达到提取的目的<sup>[3]</sup>。影响提取率的因子很多,不同提取方式提取效能不同。

薯蓣皂素的生产过程中,传统的生产工艺系采用连续加热回流提取(continuous reflux extraction)方法,不但提取时间长,而且提取不完全,生产得率较低,皂素损失较大<sup>[4]</sup>。我们根据萃取(continual reflux extraction)的原理及实际生产设备的操作状况,在不改变生产设备的情况下,对皂素的提取工艺进行了改进,不仅可缩短提取的时间,节约能耗,而且可提高生产得率。

在一定温度下,化合物在两相溶液中的浓度比为一常数<sup>[5]</sup>。皂素提取过程中,假设原料和汽油中皂素的浓度分别为 $C_A$ 和 $C_B$ ,则 $C_A/C_B=K$ ,为一常数。

生产中,我们假设原料中含有 $W_0$ 克的皂素,原料的体积和溶剂汽油的体积一致均为 $V$ ,当用汽油浸泡原料达到平衡时原料中含有皂素为 $W_1$ ,则汽油中皂素的含量为 $W_0-W_1$ ,所以

$$\frac{W_1/V}{(W_0-W_1)/V} = K \quad (1)$$

$$W_1 = \frac{K}{K+1} W_0 \quad (2)$$

$\therefore \frac{K}{K+1}$  为一常数,令  $\frac{K}{K+1} = A$ , 则

$$W_1 = A \cdot W_0 \quad (3)$$

萃取时,经一次浸泡后,原料中还含有 $A W_0$ 的皂素。将第一次萃取的汽油全部滤出,加入同等体积的汽油,进行第二次萃取。假设第二次萃取后原料中还含有皂素为 $W_2$ ,则

$$\frac{W_2/V}{(W_1-W_2)/V} = K, \text{ 即 } W_2 = W_0 \cdot A^2 \quad (4)$$

同理,原料经过 $n$ 次萃取后,原料中皂素的残余量为  $W_n = W_0 \cdot A^n$  (5)

连续回流时,溶液汽油的流出量与蒸发冷凝流入的新鲜汽油量一致,整过体取的过程中汽油溶液的体积保持不变。我们假设每分钟流出的汽油量为 $r$ ,平衡时原料中皂素的含量为 $W_1 = A \cdot W_0$ ,一分钟后,流出溶液 $r$ ,流入汽油 $r$ ,则原料中皂素的含量为 $W_2$ ,

$$\frac{W_2/V}{[(W_0-W_1)(V-r)/V + (W_1-W_2)]/V} = K \quad (6)$$

$$\text{故 } W_2 = A \cdot \left( A \cdot \frac{V-r}{V} + \frac{V-r}{V} \right) \cdot W_0 \quad (7)$$

$\therefore \frac{V-r}{V}$  为一常数,令  $\frac{V-r}{V} = B$ , 则

$$W_2 = A \cdot (A \cdot B + B) \cdot W_0 \quad (8)$$

同理,连续回流 $t$ 分钟后,原料中皂素的残留量为

$$W_t = A \cdot (A \cdot B + B)^t \cdot W_0 \quad (9)$$

假设皂素在原料和汽油中的分配常数 $K=1/2$ ,则  $A=1/3$

假设汽油的回流速度每分钟为汽油的总体积的

\* 云南省省院合作基金资助项目(YK98002)

1/100, 即 $r=0.01V$ , 则 $B=0.99$

根据萃取体积和回流速度的关系可知: 间断回流萃取一次约须100分钟, 将A、B分别代入式(9), 则:

连续回流100分钟时, 原料中皂素残余量为:

$$W_{100}=1/3 \cdot (1/3-1/3 \cdot 0.99+0.99)^{100} \cdot W_0=0.1719W_0 \quad (10)$$

同样, 根据式(5), 同样时间内萃取2次后, 原料中皂素残余量为:

$$W_2=W_0 \cdot (1/3)^2=0.1111W_0 \quad (11)$$

由式(10)和(11), 可知 $W_2 < W_{100}$ , 表明在植物原料的提取过程中, 萃取的得率高于连续回流, 萃取的效果比连续回流提取的效果明显要好。

生产中, 根据植物原料的特性, 我们采用连续回流与萃取相结合的方法, 先将汽油加入原料中, 按固定的回流速度先行加热回流2小时, 使原料得到充分的浸泡, 并达到升温的目的。回流2小时后, 分为2组, 其中一组按传统的提取工艺进行连续回流; 另一组每隔半小时将浸泡的汽油放出一, 并取小量的流出液用Lieberman反应<sup>[4]</sup>检验其中是否含有皂素。萃取至6小时(共放出9次), 萃取组的流出液Lieberman反应呈阴性, 而连续回流组至提取8小时时仍然呈阳性反

应。从而确定萃取的时间为6小时。提取结果见表1。

表1 萃取和连续回流提取皂素结果对照表  
Table 1 the recovery rate of diosgenin and time of continual and continuous reflux extraction

组号	投料量	皂素含量%	提取方式	提取时间	实得皂素	得率%
1	312KG	5.1	萃取	6hr	15.9KG	98
1	312KG	5.1	连续回流	8hr	14.8KG	91.2
2	312KG	4.8	萃取	6hr	14.5KG	98.2
2	312KG	4.8	连续回流	8hr	13.9KG	92.8
3	312KG	5.7	萃取	6hr	17.6KG	98.9
3	312KG	5.7	连续回流	8hr	16.5KG	92.7
4	312KG	7.9	萃取	6hr	24.2KG	98.2
4	312KG	7.9	连续回流	8hr	22.7KG	92.1

由表可知, 萃取法提取皂素不仅可缩短提取时间, 而且可提高得率, 提取率在98%以上, 平均可提高得率6.1%。

综合利用萃取法和连续回流法提取皂素不仅可缩短提取时间, 节约能耗, 同时还可提高皂素得率, 减少原料得损耗, 提高原料的利用率, 不失为提取天然产物的有效方法。

## 参 考 文 献

- [1] 北京医学院, 北京中医学院编, "中草药成分化学", 人民卫生出版社, 1987, P7
- [2] 秦启宗, 毛家骏, 金忠翔, 陆志红, "化学分离法", 原子能出版社, 1984, P7-9, P94-1102
- [3] 北京大学化学系编, "化学工程基础", 高等教育出版社, 1984, P297
- [4] 中国医学科学院药物所编, "中草药有效成分研究", 人民卫生出版社, 1972, P336
- [5] 兰州大学、复旦大学化学系编, "有机化学试验", 高等教育出版社, 1987, P95-101

## SOME APPLICATION OF EXTRACTION TECHNOLOGY IN PRODUCTION OF DIOSGENIN

Liu Xi-Kui Lu Chun-Chao Yang Chong-Ren

(Kunming Institute of Botany, Chinese Academy of Sciences, Kunming 650204)

### ABSTRACT

This paper introduced two extractive process—a continuous reflux extraction and a continual reflux extraction—of diosgenin. Make a comparison between the two methods, we found that the relation between the residue( $W_n$ ) of diosgenin in materials and times( $n$ ) can be described on the continual reflux extractive process by the following equation:  $W_n=W_0 \cdot A^n$  and the residue( $W_t$ ) of diosgenin in materials and time( $t$ ) can be desired on the continuous reflux extractive process by the following equation:  $W_t=A \cdot (A \cdot B+B)^{t-1} \cdot W_0$ . It shows the recovery rate of the continual reflux extraction is better. The result of extraction exhibited the continual reflux extractive method enhanced recovery rate, and shorted the time of extraction also.

**Keyword** extraction, extraction equation, diosgenin, technology, recovery rate