



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105017342 A

(43) 申请公布日 2015. 11. 04

(21) 申请号 201510398937. 3

(22) 申请日 2015. 07. 08

(71) 申请人 中国林业科学研究院林产化学工业研究所

地址 210042 江苏省南京市锁金五村 16 号

(72) 发明人 蒋剑春 冯君锋 徐俊明 王奎  
应浩 杨中志 关倩 苏秋丽

(74) 专利代理机构 南京瑞弘专利商标事务所  
(普通合伙) 32249

代理人 冯慧

(51) Int. Cl.

C07H 15/04(2006. 01)

C07H 1/00(2006. 01)

C07H 1/06(2006. 01)

B01F 17/56(2006. 01)

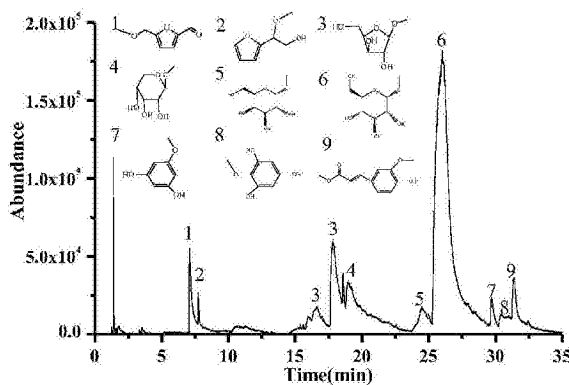
权利要求书1页 说明书8页 附图2页

(54) 发明名称

一种生物质定向加压液化制备烷基糖苷的方法

(57) 摘要

一种生物质定向加压液化制备烷基糖苷的方法包括以下步骤:第一步,定向加压液化反应:将生物质原料与低碳醇、酸性催化剂等按照质量比为 1:6 ~ 10:0.01 ~ 0.05 的比例加入到高压釜中,在 160 ~ 240℃ 条件下醇解液化反应不超过 60min,压力为 3 ~ 7MPa,搅拌下反应;第二步,萃取分离过程:将定向液化产物过滤,滤液经过活性炭脱色、精馏、旋转蒸发和回收低碳醇后,采用蒸馏水和有机溶剂萃取剂将加压液体产物中的烷基糖苷组分萃取分离,其总含量可达 82%。



1. 一种生物质定向加压液化制备烷基糖苷的方法,其特征在于,包括以下步骤:

第一步,定向加压液化反应:将生物质原料、低碳醇和酸性催化剂加入到高压釜中,在160~240℃条件下液化反应不超过60min,压力为3~7MPa,搅拌下反应,反应结束后迅速通冷却水,迅速降至室温;所述低碳醇的分子结构中碳原子和羟基的数量均为1~3;

第二步,萃取分离过程:将第一步得到的定向加压液化产物中和、过滤、活性炭脱色、蒸馏、真空旋转蒸发和回收低碳醇之后,首先加入蒸馏水,将液体产物分离为水溶相和水不溶相,采用有机溶剂萃取剂萃取水溶相,萃取后剩下的水相产物为烷基糖苷。

2. 如权利要求1所述一种生物质定向加压液化制备烷基糖苷的方法,其特征在于所述低碳醇为甲醇、乙醇或丙三醇中的任意一种。

3. 如权利要求1所述一种生物质定向加压液化制备烷基糖苷的方法,其特征在于所述酸性催化剂为硫酸、磷酸、氨基磺酸或甲苯磺酸的任意一种。

4. 如权利要求1所述一种生物质定向加压液化制备烷基糖苷的方法,其特征在于所述的有机溶剂萃取剂为乙酸乙酯、二氧六环、四氯化碳、环己烷和石油醚的任意一种。

5. 如权利要求1所述一种生物质定向加压液化制备烷基糖苷的方法,其特征在于第一步中所述的甘蔗渣:低碳醇:酸性催化剂的质量比为1:6~10:0.01~0.05。

6. 如权利要求1所述一种生物质定向加压液化制备烷基糖苷的方法,其特征在于有机溶剂萃取剂与水溶相的质量比均为2~5:1。

7. 如权利要求1所述一种生物质定向加压液化制备烷基糖苷的方法,其特征在于所述的生物质为甘蔗渣、竹木或杨木。

## 一种生物质定向加压液化制备烷基糖苷的方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于纤维类生物质资源制备化学品领域,主要涉及生物质加压液化制备烷基糖苷方面的研究。

### 背景技术

[0002] 生物质资源是一种来源广泛可以再生的生物质资源,但目前甘蔗渣类生物质资源的利用程度还相对较低,开发甘蔗渣类生物质制备重要的化工产品,已经成为生物质资源利用的重要研究课题。

[0003] 烷基糖苷是一种新型的非离子表面活性剂,具有许多独特的性能。其表面活性高、去污能力强、润湿能力强、泡沫细腻丰富且性质稳定,可以被应用于很多化工行业领域。与其他表面活性剂合用时有很强的协同效应,配伍性能好,即使在浓度较高的酸、碱和盐溶液中,仍然具有很高的活性和溶解度。此外,在自然界中能被生物完全降解,避免污染环境,且对皮肤温和、无刺激、无毒害。

[0004] 目前,已经报道的烷基糖苷的合成技术主要有两种方法。第一种方法是利用葡萄糖与醇类物质反应,一步法合成烷基糖苷;工艺流程简单,烷基糖苷的得率较高,但是对葡萄糖的纯度要求较高,因此成本较高。第二种方法是利用纤维素或者淀粉在高压下醇解生成烷基糖苷,该方法虽然对原料的纯度没有很高的要求,可是同样存在总成本偏高的缺点。

### 发明内容

[0005] 解决的技术问题:为了解决烷基糖苷生产成本低、工艺复杂、溶剂使用量大等缺点,本发明提供了一种生物质定向加压液化制备烷基糖苷的方法,在高温高压条件下采用“一步法”进行醇解,定向液化甘蔗渣制备烷基糖苷。该合成路径具有原料便宜、来源广泛,操作工艺简单等优点;液化产物通过萃取分离等一系列操作后,得到的烷基糖苷产品纯度较高。

[0006] 技术方案:一种生物质定向加压液化制备烷基糖苷的方法,包括以下步骤:

[0007] 第一步,定向加压液化反应:将生物质原料、低碳醇和酸性催化剂加入到高压釜中,在 160 ~ 240℃条件下液化反应不超过 60min,压力为 3 ~ 7MPa,搅拌下反应,反应结束后迅速通冷却水,迅速降至室温;所述低碳醇的分子结构中碳原子和羟基的数量均为 1 ~ 3;

[0008] 第二步,萃取分离过程:将第一步得到的定向加压液化产物中和、过滤、活性炭脱色、精馏、真空旋转蒸发和回收低碳醇之后,首先加入蒸馏水,将液体产物分离为水溶相和水不溶相,采用有机溶剂萃取剂萃取水溶相,萃取后剩下的水相产物为烷基糖苷。

[0009] 所述低碳醇为甲醇、乙醇或丙三醇中的任意一种。

[0010] 所述酸性催化剂为硫酸、磷酸、氨基磺酸或甲苯磺酸的任意一种。

[0011] 所述的有机溶剂萃取剂为乙酸乙酯、二氧六环、四氯化碳、环己烷和石油醚的任意一种。

- [0012] 第一步中所述的甘蔗渣:低碳醇:酸性催化剂的质量比为 1:6 ~ 10:0.01 ~ 0.05。
- [0013] 有机溶剂萃取剂与水溶相的质量比均为 2 ~ 5:1。
- [0014] 所述的生物质为甘蔗渣、竹木或杨木。
- [0015] 有益效果
- [0016] 1. 发现了生物质原料的定向加压液化一步法制备烷基糖苷,可以有效地提高目标产物的得率,其总含量可以达到 82%。
- [0017] 2. 本发明的方法中使用有机溶剂萃取的方法,萃取分离出高纯度的烷基糖苷,烷基糖苷可以经过提纯精制成高附加值的非离子型表面活性剂产品。
- [0018] 3. 选用低碳醇作为液化溶剂,可以利用其在近临界状态下具有较高的压力和反应活性,提高反应效率,溶剂回收和再利用的操作简单。
- [0019] 4. 通过采用不同极性的有机溶剂作为萃取剂,获得高纯度的烷基糖苷类化合物,方法操作简单,溶剂用量少、回收和再利用容易。

#### 附图说明:

- [0020] 图 1 为本发明的工艺流程图。
- [0021] 图 2 为本发明实施例中甘蔗渣生物质定向加压液化产物的 GC-MS 图谱。
- [0022] 图 3 为本发明萃取分离得到的烷基糖苷类化合物的 HSQC NMR 谱图。

#### 具体实施方式

[0023] 下面结合实施例对本发明作进一步的描述,需要说明的是,实施例并不构成对本发明要求保护范围的限定。在不背离本发明精神和实质的情况下,对本发明方法、步骤或者条件所做的修改和替换,均属于本发明的范围。

[0024] 若未特别说明,实施例中所用的技术手段为本领域技术人员所熟知的常规手段。

[0025] 一种生物质定向加压液化制备烷基糖苷的方法,包括以下步骤:

[0026] 第一步,定向加压液化:将甘蔗渣等生物质原料、低碳醇和酸性催化剂加入到高压釜中,高压釜在 160 ~ 240℃ 条件下液化反应不超过 60min,压力为 3 ~ 7MPa,转速为 500r/min,反应结束后迅速通冷却水,在 1 ~ 5min 内降至室温;其中纤维生物质:低碳醇:酸性催化剂的质量比为 1:6 ~ 10:0.01 ~ 0.05;所述低碳醇的分子结构中碳原子和羟基的数量均为 1 ~ 3。

[0027] 第二步,萃取分离:将直接加压液化产物中和、过滤、活性炭脱色、真空旋转蒸发、回收低碳醇之后,首先加蒸馏水与液体产物质量比为 2:1,将液化产物分离为水溶相和水不溶相,采用有机溶剂萃取剂水溶相,萃取后剩下的水相产物为烷基糖苷。萃取剂与水溶相和水不溶相的质量比均为 2 ~ 5:1。

[0028] 所述低碳醇为甲醇、乙醇和丙三醇中的任意一种。

[0029] 所述酸性催化剂为硫酸、磷酸、氨基磺酸和甲苯磺酸的任意一种。

[0030] 所述的活性炭脱色反应可通过在 70℃ 下液体产物不断精馏回流、脱色反应 45min 的过程。将活性炭趁热过滤,得到脱色后的液体产物。

[0031] 所述的真空旋转蒸发可通过在 40 ~ 60℃,压力为 -0.09MPa 下减压旋转蒸发,将溶剂分离并回收。

[0032] 所述的有机溶剂萃取剂为乙酸乙酯、二氧六环、四氯化碳、环己烷和石油醚的任意一种。

[0033] 所述的生物质为甘蔗渣、竹木或杨木。

[0034] 实施例 1

[0035] 称取 40 甘蔗渣, 颗粒大小为 50 ~ 60 目, 240g 甲醇和 1.0g 硫酸加入到体积为 1L 的高压釜中, 以 3°C /min 的升温速率和 500r/min 的搅拌速度, 升温到 200°C, 高压釜的压力为 5.5MPa。反应保温 30min 后关加热, 迅速通冷却水在 1 ~ 5min 内降至室温。将液化产物中和、过滤, 滤液在 70°C 回流脱色反应 45min, 然后在压力为 -0.09MPa 下 45°C 减压旋转蒸发回收甲醇之后, 加入 80g 蒸馏水, 出现分相。水溶相加入 40g 乙酸乙酯, 水溶相与乙酸乙酯相发生分层, 然后将乙酸乙酯相倒出后, 剩余的水相将水旋蒸干后得到的为甲基糖苷类物质, 含量为 76%。

[0036] 实施例 2

[0037] 称取 40g 甘蔗渣, 颗粒大小为 50 ~ 60 目, 320g 甲醇和 1.0g 硫酸加入到体积为 1L 的高压釜中, 以 3°C /min 的升温速率和 500r/min 的搅拌速度, 升温到 200°C, 高压釜压力为 5.5MPa。反应保温 30min 后关加热, 迅速通冷却水在 1 ~ 5min 内降至室温。将液化产物中和、过滤, 滤液在 70°C 回流脱色反应 45min, 然后在压力为 -0.09MPa 下 45°C 减压旋转蒸发回收甲醇之后, 加入 80g 蒸馏水, 出现分相。水溶相加入 40g 乙酸乙酯, 水溶相与乙酸乙酯相发生分层, 将乙酸乙酯相倒出后, 剩余的水相将水旋蒸干后得到的为甲基糖苷类物质, 含量为 80%。

[0038] 实施例 3

[0039] 称取 40g 甘蔗渣, 颗粒大小为 50 ~ 60 目, 400g 甲醇和 1.0g 硫酸加入到体积为 1L 的高压釜中, 以 3°C /min 的升温速率和 500r/min 的搅拌速度, 升温到 200°C, 高压釜压力为 6.5MPa。反应保温 30min 后关加热, 迅速通冷却水在 1 ~ 5min 内降至室温。将液化产物中和、过滤, 滤液在 70°C 回流脱色反应 45min, 然后在压力为 -0.09MPa 下 45°C 减压旋转蒸发回收甲醇之后, 加入 80g 蒸馏水, 出现分相。水溶相加入 40g 乙酸乙酯, 水溶相与乙酸乙酯相发生分层, 将乙酸乙酯相倒出后, 剩余的水相将水旋蒸干后得到的为甲基糖苷类物质, 含量为 79%。

[0040] 实施例 4

[0041] 称取 40g 甘蔗渣, 颗粒大小为 50 ~ 60 目, 320g 甲醇和 0.4g 硫酸加入到体积为 1L 的高压釜中, 以 3°C /min 的升温速率和 500r/min 的搅拌速度, 升温到 200°C, 高压釜压力为 5.5MPa。反应保温 30min 后关加热, 迅速通冷却水在 1 ~ 5min 内降至室温。将液化产物中和、过滤, 滤液在 70°C 回流脱色反应 45min, 然后在压力为 -0.09MPa 下 45°C 减压旋转蒸发回收甲醇之后, 加入 80g 蒸馏水, 出现分相。水溶相加入 40g 乙酸乙酯, 水溶相与乙酸乙酯相发生分层, 将乙酸乙酯相倒出后, 剩余的水相将水旋蒸干后得到的为甲基糖苷类物质, 含量为 70%。

[0042] 实施例 5

[0043] 称取 40g 甘蔗渣, 颗粒大小为 50 ~ 60 目, 320g 甲醇和 2.0g 硫酸加入到体积为 1L 的高压釜中, 以 3°C /min 的升温速率和 500r/min 的搅拌速度, 升温到 200°C, 高压釜压力为 5.5MPa。反应保温 30min 后关加热, 迅速通冷却水在 1 ~ 5min 内降至室温。将液化产物中

和、过滤,滤液在70℃回流脱色反应45min,然后在压力为-0.09MPa下45℃减压旋转蒸发回收甲醇之后,加入80g蒸馏水,出现分相。水溶相加入40g乙酸乙酯,水溶相与乙酸乙酯相发生分层,将乙酸乙酯相倒出后,剩余的水相将水旋蒸干后得到的为甲基糖苷类物质,含量为65%。

[0044] 实施例6

[0045] 称取40g甘蔗渣,颗粒大小为50~60目,320g甲醇和1.0g甲苯磺酸加入到体积为1L的高压釜中,以3℃/min的升温速率和500r/min的搅拌速度,升温到200℃,高压釜的压力为5.5MPa。反应保温30min后关加热,迅速通冷却水在1~5min内降至室温。将液化产物中和、过滤,滤液在70℃回流脱色反应45min,然后在压力为-0.09MPa下45℃减压旋转蒸发回收甲醇之后,加入80g蒸馏水,出现分相。水溶相加入40g乙酸乙酯,水溶相与乙酸乙酯相发生分层,将乙酸乙酯相倒出后,剩余的水相将水旋蒸干后得到的为甲基糖苷类物质,含量为66%。

[0046] 实施例7

[0047] 称取40g甘蔗渣,颗粒大小为50~60目,320g甲醇和1.0g氨基磺酸加入到体积为1L的高压釜中,以3℃/min的升温速率和500r/min的搅拌速度,升温到200℃,高压釜的压力为5.5MPa。反应保温30min后关加热,迅速通冷却水在1~5min内降至室温。将液化产物中和、过滤,滤液在70℃回流脱色反应45min,然后在压力为-0.09MPa下45℃减压旋转蒸发回收甲醇之后,加入80g蒸馏水,出现分相。水溶相加入40g乙酸乙酯,水溶相与乙酸乙酯相发生分层,将乙酸乙酯相倒出后,剩余的水相将水旋蒸干后得到的为甲基糖苷类物质,含量为43%。

[0048] 实施例8

[0049] 称取40g甘蔗渣,颗粒大小为50~60目,320g甲醇和1.0g磷酸加入到体积为1L的高压釜中,以3℃/min的升温速率和500r/min的搅拌速度,升温到200℃,高压釜的压力为5.5MPa。反应保温30min后关加热,迅速通冷却水在1~5min内降至室温。将液化产物中和、过滤,滤液在70℃回流脱色反应45min,然后在压力为-0.09MPa下45℃减压旋转蒸发回收甲醇之后,加入80g蒸馏水,出现分相。水溶相加入40g乙酸乙酯,水溶相与乙酸乙酯相发生分层,将乙酸乙酯相倒出后,剩余的水相将水旋蒸干后得到的为甲基糖苷类物质,含量为35%。

[0050] 实施例9

[0051] 称取40g甘蔗渣,颗粒大小为50~60目,320g甲醇和1.0g硫酸加入到体积为1L的高压釜中,以3℃/min的升温速率和500r/min的搅拌速度,升温到240℃,高压釜的压力为6.5MPa。反应保温30min后关加热,迅速通冷却水在1~5min内降至室温。将液化产物中和、过滤,滤液在70℃回流脱色反应45min,然后在压力为-0.09MPa下45℃减压旋转蒸发回收甲醇之后,加入80g蒸馏水,出现分相。水溶相加入40g乙酸乙酯,水溶相与乙酸乙酯相发生分层,将乙酸乙酯相倒出后,剩余的水相将水旋蒸干后得到的为甲基糖苷类物质,含量为57%。

[0052] 实施例10

[0053] 称取40g甘蔗渣,颗粒大小为50~60目,320g甲醇和1.0g硫酸加入到体积为1L的高压釜中,以3℃/min的升温速率和500r/min的搅拌速度,升温到160℃,高压釜的压力

为 3.5MPa。反应保温 30min 后关加热,迅速通冷却水在 1~5min 内降至室温。将液化产物中和、过滤,滤液在 70℃回流脱色反应 45min,然后在压力为 -0.09MPa 下 45℃减压旋转蒸发回收甲醇之后,加入 80g 蒸馏水,出现分相。水溶相加入 40g 乙酸乙酯,水溶相与乙酸乙酯相发生分层,将乙酸乙酯相倒出后,剩余的水相将水旋蒸干后得到的为甲基糖苷类物质,含量为 72%。

[0054] 实施例 11

[0055] 称取 40g 甘蔗渣,颗粒大小为 50~60 目,320g 甲醇和 1.0g 硫酸加入到体积为 1L 的高压釜中,以 3℃/min 的升温速率和 500r/min 的搅拌速度,升温到 200℃,高压釜的压力为 5.5MPa。反应保温 60min 后关加热,迅速通冷却水在 1~5min 内降至室温。将液化产物中和、过滤,滤液在 70℃回流脱色反应 45min,然后在压力为 -0.09MPa 下 45℃减压旋转蒸发回收甲醇之后,加入 80g 蒸馏水,出现分相。水溶相加入 40g 乙酸乙酯,水溶相与乙酸乙酯相发生分层,将乙酸乙酯相倒出后,剩余的水相将水旋蒸干后得到的为甲基糖苷类物质,含量为 58%。

[0056] 实施例 12

[0057] 称取 40g 甘蔗渣,颗粒大小为 50~60 目,320g 甲醇和 1.0g 硫酸加入到体积为 1L 的高压釜中,以 3℃/min 的升温速率和 500r/min 的搅拌速度,升温到 200℃,高压釜的压力为 5.5MPa。反应保温 10min 后关加热,迅速通冷却水在 1~5min 内降至室温。将液化产物中和、过滤,滤液在 70℃回流脱色反应 45min,然后在压力为 -0.09MPa 下 45℃减压旋转蒸发回收甲醇之后,加入 80g 蒸馏水,出现分相。水溶相加入 40g 乙酸乙酯,水溶相与乙酸乙酯相发生分层,将乙酸乙酯相倒出后,剩余的水相将水旋蒸干后得到的为甲基糖苷类物质,含量为 82%。

[0058] 实施例 13

[0059] 称取 40g 甘蔗渣,颗粒大小为 50~60 目,240g 甲醇和 1.0g 硫酸加入到体积为 1L 的高压釜中,以 3℃/min 的升温速率和 500r/min 的搅拌速度,升温到 200℃,高压釜的压力为 5.5MPa。反应保温 0min 后关加热(到达 200℃立即关加热),迅速通冷却水在 1~5min 内降至室温。将液化产物中和、过滤,滤液在 70℃回流脱色反应 45min,然后在压力为 -0.09MPa 下 45℃减压旋转蒸发回收甲醇之后,加入 80g 蒸馏水,出现分相。水溶相加入 40g 乙酸乙酯,水溶相与乙酸乙酯相发生分层,将乙酸乙酯相倒出后,剩余的水相将水旋蒸干后得到的为甲基糖苷类物质,含量为 72%。

[0060] 实施例 14

[0061] 称取 40g 甘蔗渣,颗粒大小为 50~60 目,240g 甲醇和 1.0g 硫酸加入到体积为 1L 的高压釜中,以 3℃/min 的升温速率和 500r/min 的搅拌速度,升温到 200℃,高压釜的压力为 5.5MPa。反应保温 10min 后关加热,迅速通冷却水在 1~5min 内降至室温。将液化产物中和、过滤,滤液在 70℃回流脱色反应 45min,然后在压力为 -0.09MPa 下 45℃减压旋转蒸发回收甲醇之后,加入 80g 蒸馏水,出现分相。水溶相加入 100g 乙酸乙酯,水溶相与乙酸乙酯相发生分层,将乙酸乙酯相倒出后,剩余的水相将水旋蒸干后得到的为甲基糖苷类物质,含量为 81%。

[0062] 实施例 15

[0063] 称取 40g 甘蔗渣,颗粒大小为 50~60 目,240g 甲醇和 1.0g 硫酸加入到体积为 1L

的高压釜中,以 3℃/min 的升温速率和 500r/min 的搅拌速度,升温到 200℃,高压釜的压力为 5.5MPa。反应保温 10min 后关加热,迅速通冷却水在 1~5min 内降至室温。将液化产物中和、过滤,滤液在 70℃回流脱色反应 45min,然后在压力为 -0.09MPa 下 45℃减压旋转蒸发回收甲醇之后,加入 80g 蒸馏水,出现分相。水溶相加入 80g 乙酸乙酯,水溶相与乙酸乙酯相发生分层,将乙酸乙酯相倒出后,剩余的水相将水旋蒸干后得到的为甲基糖苷类物质,含量为 82%。

[0064] 实施例 16

[0065] 称取 40g 甘蔗渣,颗粒大小为 50~60 目,320g 甲醇和 1.0g 硫酸加入到体积为 1L 的高压釜中,以 3℃/min 的升温速率和 500r/min 的搅拌速度,升温到 200℃,高压釜的压力为 5.5MPa。反应保温 10min 后关加热,迅速通冷却水在 1~5min 内降至室温。将液化产物中和、过滤,滤液在 70℃回流脱色反应 45min,然后在压力为 -0.09MPa 下 45℃减压旋转蒸发回收甲醇之后,加入 80g 蒸馏水,出现分相。水溶相加入 40g 四氯化碳,水溶相与乙酸乙酯相发生分层,将四氯化碳相倒出后,剩余的水相将水旋蒸干后得到的为甲基糖苷类物质,含量为 51%。

[0066] 实施例 17

[0067] 称取 40g 甘蔗渣,颗粒大小为 50~60 目,320g 甲醇和 1.0g 硫酸加入到体积为 1L 的高压釜中,以 3℃/min 的升温速率和 500r/min 的搅拌速度,升温到 200℃,高压釜的压力为 5.5MPa。反应保温 10min 后关加热,迅速通冷却水在 1~5min 内降至室温。将液化产物中和、过滤,滤液在 70℃回流脱色反应 45min,然后在压力为 -0.09MPa 下 45℃减压旋转蒸发回收甲醇之后,加入 80g 蒸馏水,出现分相。水溶相加入 40g 二氧六环,水溶相与乙酸乙酯相发生分层,将二氧六环相倒出后,剩余的水相将水旋蒸干后得到的为甲基糖苷类物质,含量为 49%。

[0068] 实施例 18

[0069] 称取 40g 甘蔗渣,颗粒大小为 50~60 目,320g 甲醇和 1.0g 硫酸加入到体积为 1L 的高压釜中,以 3℃/min 的升温速率和 500r/min 的搅拌速度,升温到 200℃,高压釜的压力为 5.5MPa。反应保温 10min 后关加热,迅速通冷却水在 1~5min 内降至室温。将液化产物中和、过滤,滤液在 70℃回流脱色反应 45min,然后在压力为 -0.09MPa 下 45℃减压旋转蒸发回收甲醇之后,加入 80g 蒸馏水,出现分相。水溶相加入 40g 环己烷,水溶相与乙酸乙酯相发生分层,将环己烷相倒出后,剩余的水相将水旋蒸干后得到的为甲基糖苷类物质,含量为 47%。

[0070] 实施例 19

[0071] 称取 40g 甘蔗渣,颗粒大小为 50~60 目,320g 甲醇和 1.0g 硫酸加入到体积为 1L 的高压釜中,以 3℃/min 的升温速率和 500r/min 的搅拌速度,升温到 200℃,高压釜的压力为 5.5MPa。反应保温 10min 后关加热,迅速通冷却水在 1~5min 内降至室温。将液化产物中和、过滤,滤液在 70℃回流脱色反应 45min,然后在压力为 -0.09MPa 下 45℃减压旋转蒸发回收甲醇之后,加入 80g 蒸馏水,出现分相。水溶相加入 40g 石油醚,水溶相与乙酸乙酯相发生分层,将石油醚相倒出后,剩余的水相将水旋蒸干后得到的为甲基糖苷类物质,含量为 46%。

[0072] 实施例 20



[0073] 称取 40g 竹材, 颗粒大小为 50 ~ 60 目, 320g 甲醇和 1.0g 硫酸加入到体积为 1L 的高压釜中, 以 3°C /min 的升温速率和 500r/min 的搅拌速度, 升温到 200°C, 高压釜的压力为 5.5MPa。反应保温 10min 后关加热, 迅速通冷却水在 1 ~ 5min 内降至室温。将液化产物中和、过滤, 滤液在 70°C 回流脱色反应 45min, 然后在压力为 -0.09MPa 下 45°C 减压旋转蒸发回收甲醇之后, 加入 80g 蒸馏水, 出现分相。水溶相加入 40g 乙酸乙酯, 水溶相与乙酸乙酯相发生分层, 将乙酸乙酯相倒出后, 剩余的水相将水旋蒸干后得到的为甲基糖苷类物质, 含量为 73%。

[0074] 实施例 21

[0075] 称取 40g 杨木, 颗粒大小为 50 ~ 60 目, 320g 甲醇和 1.0g 硫酸加入到体积为 1L 的高压釜中, 以 3°C /min 的升温速率和 500r/min 的搅拌速度, 升温到 200°C, 高压釜的压力为 5.5MPa。反应保温 10min 后关加热, 迅速通冷却水在 1 ~ 5min 内降至室温。将液化产物中和、过滤, 滤液在 70°C 回流脱色反应 45min, 然后在压力为 -0.09MPa 下 45°C 减压旋转蒸发回收甲醇之后, 加入 80g 蒸馏水, 出现分相。水溶相加入 40g 乙酸乙酯, 水溶相与乙酸乙酯相发生分层, 将乙酸乙酯相倒出后, 剩余的水相将水旋蒸干后得到的为甲基糖苷类物质, 含量为 68%。

[0076] 实施例 22

[0077] 称取 40g 甘蔗渣, 颗粒大小为 50 ~ 60 目, 320g 乙醇和 1.0g 硫酸加入到体积为 1L 的高压釜中, 以 3°C /min 的升温速率和 500r/min 的搅拌速度, 升温到 200°C, 高压釜的压力为 5.5MPa。反应保温 10min 后关加热, 迅速通冷却水在 1 ~ 5min 内降至室温。将液化产物中和、过滤, 滤液在 70°C 回流脱色反应 45min, 然后在压力为 -0.09MPa 下 45°C 减压旋转蒸发回收乙醇之后, 加入 80g 蒸馏水, 出现分相。水溶相加入 40g 乙酸乙酯, 水溶相与乙酸乙酯相发生分层, 将乙酸乙酯相倒出后, 剩余的水相将水旋蒸干后得到的为乙基糖苷类物质, 含量为 65%。

[0078] 表 1 为实例 13 所获得的烷基糖苷类化合物的 GC-MS 组成分析。检测方法: 色谱柱 HP-5, 色谱条件: 30°C (保温 5min), 升温速率 5°C /min, 250°C (保温 15min)。

[0079] 表 1 烷基糖苷类化合物的主要成分

[0080]

保留时间(min)	化合物	含量(wt%)
9.01	5-甲氧基甲基糠醛	1.944
11.29	甲基 $\alpha$ -D-乳糖苷	2.218
18.53	甲基 $\beta$ -D-呋喃木糖苷	8.613
19.96	甲基 $\alpha$ -D-吡喃木糖苷	11.390
24.26	4-甲基戊酸甲酯	1.912
25.29	甲基- $\beta$ -D-阿拉伯吡喃糖苷	2.078
27.69	甲基- $\alpha$ -D-吡喃葡萄糖苷	55.532
28.55	甲基- $\alpha$ -D-吡喃葡萄糖苷	1.974
甲基糖苷总含量		81.825%

[0081]

[0082] 表 1 为萃取分离得到的甲基糖苷的主要成分,总含量 81.825%。

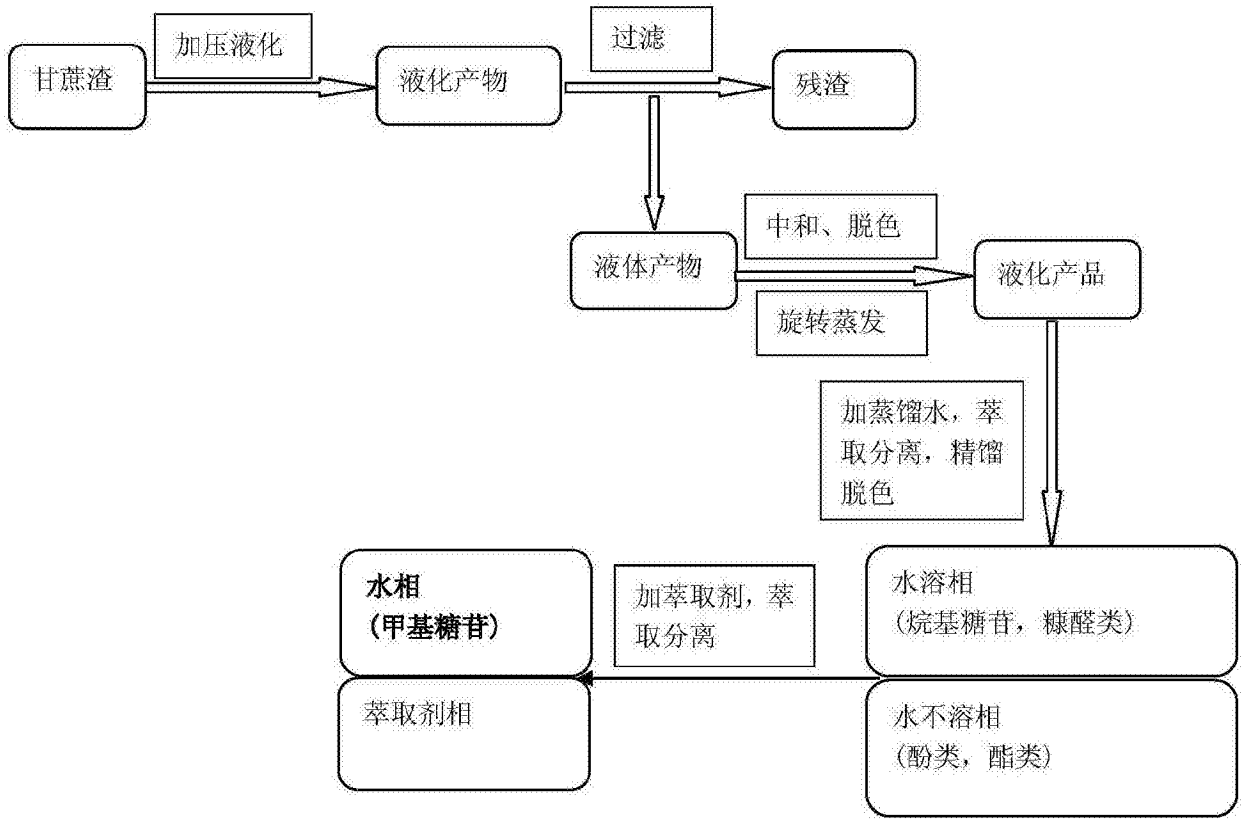


图 1

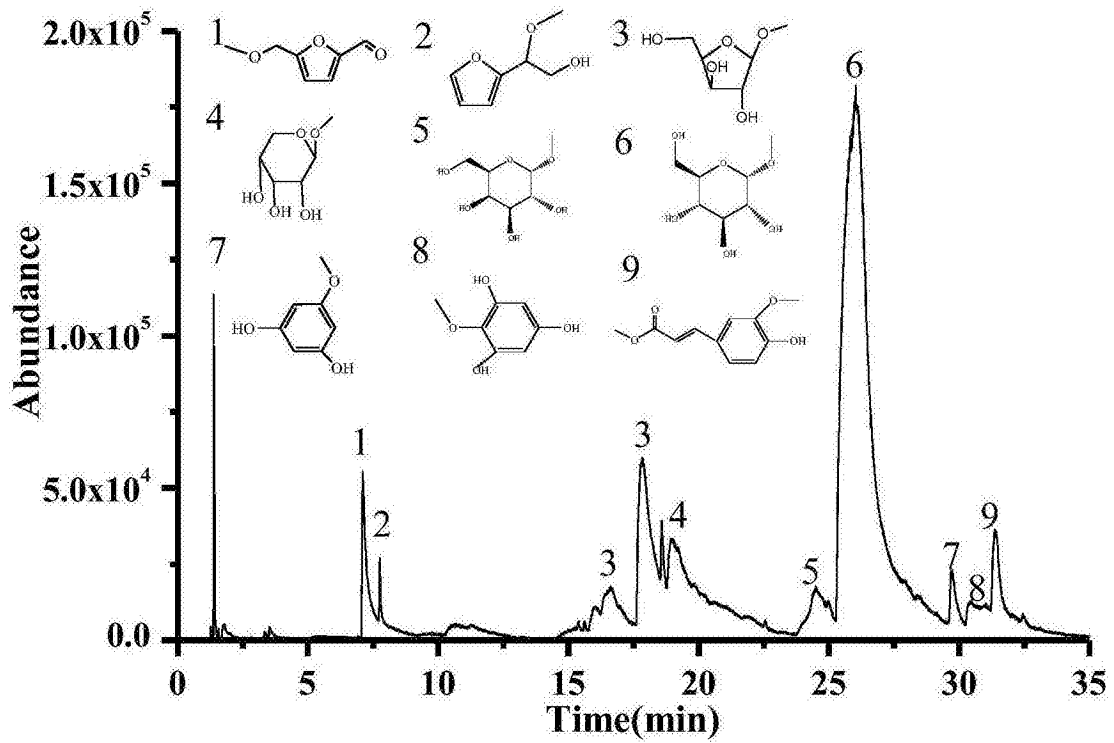


图 2

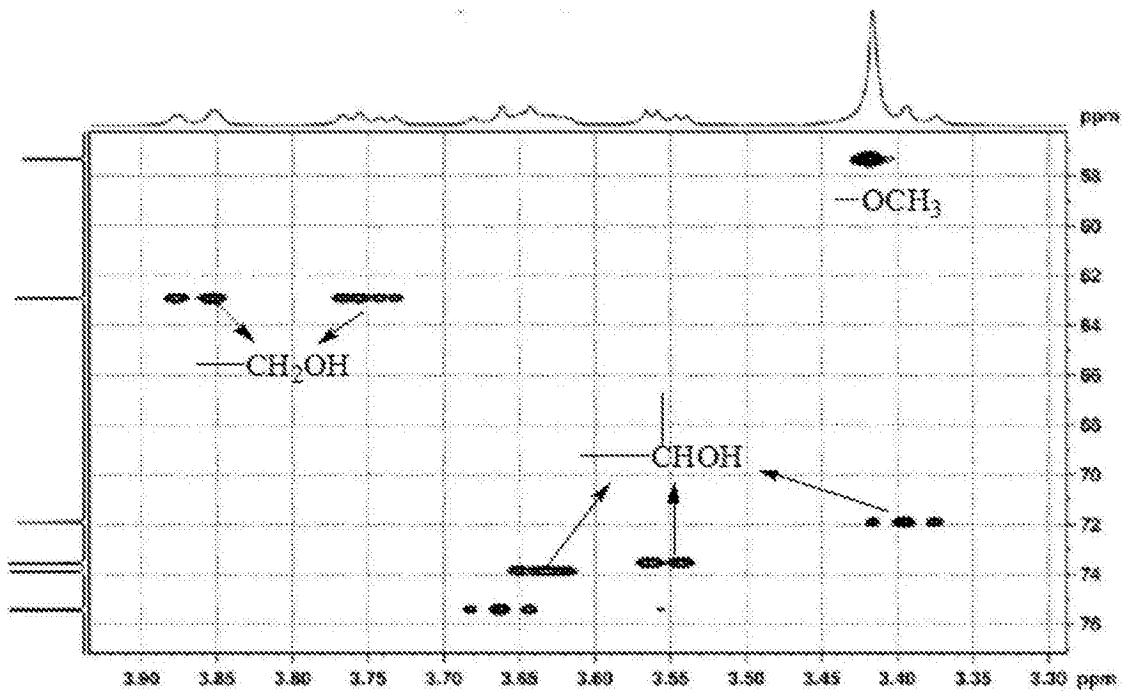


图 3