



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110746478 B

(45) 授权公告日 2020.10.30

(21) 申请号 201911156181.6

(22) 申请日 2019.11.22

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 110746478 A

(43) 申请公布日 2020.02.04

(73) 专利权人 湖南华诚生物资源股份有限公司  
地址 410006 湖南省长沙市岳麓区高新开发区东方红街道杏康南路8号

(72) 发明人 黄华学 刘庚贵 刘永胜

(74) 专利代理机构 北京领科知识产权代理事务所(特殊普通合伙) 11690  
代理人 艾变开

(51) Int.Cl.  
C07J 53/00 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 101456891 A, 2009.06.17

CN 102311479 A, 2012.01.11

CN 103145789 A, 2013.06.12

CN 110294784 A, 2019.10.01

审查员 仲艳雯

权利要求书1页 说明书9页

(54) 发明名称

一种以含谷维素的皂脚为原料制备谷维素的方法

(57) 摘要

本发明提供了一种以含谷维素的皂脚为原料制备谷维素的方法,包括以下步骤:1) 碱醇热溶;2) 保温精滤;3) 保温超滤膜分离;4) 保温脱色;5) 酸化中和与过滤;6) 洗涤;7) 干燥。其中步骤1) 至步骤4) 的温度控制在50-60℃。本发明特征在于在50-60℃下保温操作,配合膜分离、脱色和洗涤的特定工艺条件,最终制得产品为白色粉末,谷维素纯度高于98%,收率高于73%,达到了纯度和收率都较高的优势;本发明不使用甲醇、乙醚、己烷、溶剂油等有毒或易燃易爆的有机溶剂,提高了产品使用安全性,使谷维素符合出口要求;生产工艺简单,生产设备要求低,易于操作和实现;生产成本低,适合工业化生产。

1. 一种以含谷维素的皂脚为原料制备谷维素的方法,包括以下步骤:

1)、碱醇热溶:向原料加入乙醇,加热至52-56℃,调节体系至弱碱性,使原料溶解,得溶解液;

2)、保温精滤:保持步骤1)中的温度,使用精密过滤器将溶解液过滤;

3)、保温超滤膜分离:在52-56℃条件下,将滤液通过耐高温超滤膜进行膜分离,收集1000-5000分子量区段的膜分离液;

4)、保温脱色:向膜分离液中加入无机脱色剂,充分搅拌,过滤,得脱色液;

5)、酸化中和与过滤:用稀酸中和脱色液,冷却,放置,使沉淀完全析出,离心,收集离心沉淀;

6)、洗涤:向离心沉淀中依次进行乙酸乙酯、高浓度乙醇、温水的洗涤,所述洗涤是向离心沉淀加入上述溶剂或溶液的洗涤液,充分搅拌混匀,离心得到离心沉淀,进行下一步的洗涤;

7)、干燥:将沉淀干燥,得到谷维素成品;

步骤1)至步骤4)中体系保持温度在52-56℃;

步骤1)所述乙醇为浓度大于85%的乙醇;乙醇加入量为含谷维素的皂脚重量的5-10倍;

步骤4)中,所述脱色剂为活性白土和活性碳中的至少一种,脱色剂添加量为含谷维素的皂脚原料重量的3-6%,所述脱色剂为活性白土和活性炭按照质量比1-2:1-2的复配;

步骤6)中,所述高浓度乙醇是浓度大于85%的食用乙醇;

步骤6)中离心沉淀的质量和洗涤液,即乙酸乙酯、高浓度乙醇和温水的体积按照质量体积比为1-1.3kg:2-3L:3-4L:3.5-5L;

步骤6)中,相邻两种溶剂,通过布袋离心与溶剂分次少量加入相结合的洗涤方式。

2. 如权利要求1所述的方法,其特征在于,步骤1)所述调节为弱碱性是指用碱性氢氧化物,调节pH为8.5-9.5。

3. 如权利要求2所述的方法,其特征在于,所述碱性氢氧化物为氢氧化钠。

4. 如权利要求1所述的方法,其特征在于,步骤2)中,过滤的温度控制在52℃-56℃;所述过滤采用带有折叠滤芯的精密过滤器,其中滤芯孔径为0.45μm,操作压力为0.2-0.4MPa。

5. 如权利要求1所述的方法,其特征在于,步骤3)中,所述耐高温超滤膜材质为聚醚砜,可承受温度为80℃。

6. 如权利要求1所述的方法,其特征在于,步骤3)中,所述膜的截留分子量设置为1000-5000,膜运行压力为1.0-2.0MPa。

7. 如权利要求6所述的方法,其特征在于,所述膜分离的顺序是先过分子量为5000的超滤膜,收集膜下游液,即透过液,再将透过液过分子量为1000的超滤膜,收集膜上游液,即截留液。

## 一种以含谷维素的皂脚为原料制备谷维素的方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于植物提取分离技术领域,涉及一种制备谷维素的方法,具体涉及一种以含谷维素的皂脚为原料制备谷维素的方法。

### 背景技术

[0002] 谷维素(Oryzanol)存在于米糠油中,系以三萜(烯)醇为主体的阿魏酸酯的混合物。主要作用于间脑的自主神经系统与内分泌中枢,能调整自主神经功能,减少内分泌平衡障碍,改善精神神经失调症状。还同时具有降低血脂、降低肝脏脂质、防止脂质氧化、抗氧化等多种生理功能。此外,近来也有利用谷维素为护肤品和食品抗氧化剂的原料。一般采用富含谷维素的米糠油等的皂脚为原料提取制备谷维素,但普遍产品纯度和收率不能令人满意。

[0003] 国内有关谷维素的专利技术报道也比较多,但各自存在一些缺陷,先分类详述如下。

[0004] 1、按所使用溶剂类分述如下:

[0005] CN201710073967、CN201510769436、CN201310659297、CN201310099264、CN201010542976、CN201010224081、CN200810231528、CN02135610等专利均是以甲醇为提取溶剂,再经过一系列精制得谷维素,容易残存甲醇且不符合出口产品规定。CN201510769436、CN201010542976等专利以己烷精制或结晶,再经过一些工艺步骤得到谷维素产品,容易残存己烷,导致残留超标。现有技术大多使用甲醇,主要是因为甲醇对谷维素的提取效率高,但是后处理要求高,否则残存的甲醇导致超标。而且在生产工艺中大量使用甲醇,也对操作工人的健康有潜在的危险。

[0006] 2、按工艺类分述如下:

[0007] 申请号为CN201710073967.6的专利申请公开了一种谷维素提取工艺,首先对稻米原油进行脱胶,得脱胶油;对脱胶油进行碱炼,得皂脚;皂脚经补充皂化后,加入甲醇、水和碳酸钠进行碱溶,得上层清液;上层清液依次加入盐酸、柠檬酸调节pH,得谷维素粗制品;清洗、干燥,得精制谷维素。该方法使用碱性甲醇提取,溶剂有毒,产品有残留;且碳酸钠为弱碱,实际中无法与谷维素分子中的酚羟基结合,无法促进谷维素溶解。

[0008] 申请号为CN201510769436.1的专利申请公开了一种 $\gamma$ -谷维素生产方法,将滤渣倒入溶解槽;加入甲醇混合后加己烷搅拌;加醋酸中和,搅拌回流;水浴加热至50℃、加温搅拌回流;加水继续搅拌后静置一小时;粗制品 $\gamma$ -谷维素析出;溶液自动分层,上层为己烷溶液;下层为粗制品 $\gamma$ -谷维素析出物与甲醇溶解层;将上下层甲醇溶解层分流;水浴加热下层所得;对水浴加热后的粗制品 $\gamma$ -谷维素析出物与甲醇溶解层减压过滤,滤纸上层为粗 $\gamma$ -谷维素;将己烷加入到粗 $\gamma$ -谷维素析出颗粒中洗出可溶解于己烷的杂质;收集 $\gamma$ -谷维素析出颗粒低温干燥即可。加热条件下,谷维素易溶于己烷,且在甲醇中溶解度较大,甲醇有较大毒性且易在产品中有残留;既然两相溶剂中均溶解有谷维素,其方法无法达到分离的目的,有待进一步研究;己烷极易燃易爆,生产安全性有待进一步提高。

[0009] 申请号为CN201310659297.8公开了一种从糠粕废弃油脂中提取谷维素的方法,包括以下步骤:1)向糠粕废弃油脂中加入耐高温酶,加入量为糠粕废弃油脂质量的0.5-5%,在70-95℃下搅拌消化60-120min,过滤,得到油脂清液;2)碱溶:将碱性甲醇溶液与步骤1)油脂清液按质量比例1:5~1:8进行混合,加温至60℃,搅拌,静置待两相分离,萃取;3)酸析:将步骤2)萃取液加热至40-60℃,加入酸调节到pH为3.0-6.0,静置过夜,离心分离,得到谷维素粗品;4)精制谷维素:将步骤3)得到的谷维素粗品,用蒸馏水进行冲洗,然后干燥,得到精制谷维素。酶的化学本质是蛋白质,在70℃以上多数酶会失活,其方法的科学性有待研究;甲醇为有毒试剂;谷维素为水不溶物质,其中杂质亦来自油,同样为强亲脂性物质中,简单蒸馏水冲洗之后干燥,不可能实现精制的目的,该精制方法有待进一步研究。

[0010] 申请号为CN201310099264.2公开了一种米糠毛油提取谷维素的方法,步骤如下:(1)制取四级米糠油①米糠毛油水化脱胶和脱蜡;②脱蜡米糠油脱色;③脱色米糠油物理精炼;(2)提取粗谷维素①皂基的制备;②碱溶操作;③酸析操作;(3)精制粗谷维素①粗谷维素重溶及溶剂油液一液洗涤;②酸析及酸浸泡;③谷维素烘干及粉碎。本法用到有毒的甲醇,产品中有残留;产品无结晶步骤,含量有待进一步证实;溶剂油极易燃易爆,生产安全性有待进一步提高。

[0011] 申请号为CN201010542976.3公开了一种从米糠中提取谷维素的工艺,将毛糠油加甲醇,用氢氧化钠调节pH,加热保温搅拌,冷却静置分层,放出下层油相;向上层甲醇液中加入柠檬酸调节pH至7,静置滤取沉淀,得粗品;用己烷重结晶,经洗涤、干燥得精品。该法用到有毒的甲醇,产品中有残留;己烷极易燃易爆,生产安全性有待进一步提高。

[0012] 申请号为CN201010224081.5公开了一种非极性溶剂萃取法提取谷维素的方法,选用米糠油碱炼皂脚,加入甲醇乙醚碱性溶液,充分搅拌后静置分层,上层为中性物质,下层是含谷维素的碱性物质,用盐酸溶液调节pH值,此时即有谷维素结晶析出。然后洗涤、真空干燥得谷维素成品。该法用到有毒的甲醇和乙醚,产品中会有甲醇残留;乙醚是管制试剂,极易燃易爆,生产安全性有待进一步提高;调酸所析出的谷维素含量是否达标,有待进一步证实。

[0013] 申请号为CN200810231528.8公开了一种从米糠油皂脚中提取谷维素的生产方法,将富含谷维素的米糠油皂脚加热、溶化后,用甲醇进行稀释,再加碱补充皂化,之后,进行碱溶过滤,得皂化液的滤液,对皂化的滤液再进行过滤,水洗后经酸浸、提纯、造粒,然后烘干,即可。该法用到有毒的甲醇,产品有残留;主要工艺为碱醇溶解酸析,简单提纯以后谷维素的含量是否达标,有待进一步证实。

[0014] 申请号为CN200810244052.8公开了一种谷维素的提取方法,以米糠毛油为原料,首先用乙醇胺对米糠油与正己烷混合油进行预脱酸,接着用NaOH溶液把谷维素富集到皂脚中,然后用甲醇萃取皂脚中谷维素钠盐,最后用酸溶液调pH值使其中所含谷维素结晶析出,分离后得谷维素。该方法用到有毒的甲醇,产品有残留;主要工艺为碱醇溶解酸析,所得产品为低含量谷维素。

[0015] 申请号为CN02135610.6公开了一种溶剂法萃取法提取谷维素的方法,首先对米糠毛油进行预处理,对预处理后的糠油进行物理精炼以脱除油中游离脂肪酸,在精炼后的糠油中加入碱性甲醇进行连续逆流萃取,向萃取后的甲酵母液上加酸使其中所含的谷维素结晶析出,分离后得谷维素。该法用到有毒的甲醇,产品有残留;主要工艺为碱醇溶解酸析,所

得产品为低含量谷维素。

[0016] 可见,目前市售谷维素主要存在三方面问题:1、溶剂残留超标以及使用违规溶剂:主要是甲醇、乙醚、己烷等有机溶剂并有残留,导致谷维素产品无法出口欧美和日本,绿色出口标准规定出口产品不得在生产过程中使用甲醇等有毒溶剂;2、多数谷维素产品的实际含量未达标:一些市售产品虽然颜色白,但含量只有95%左右,经分析知这些产品在生产过程中产生了一些新的降解物质,虽然同样为白色,但降低了谷维素含量,这与生产工艺有关;3、一些谷维素产品的颜色未达标:虽然其产品含量达到了98%,但是往往没有经过脱色步骤,使得这类产品的颜色为类白色或灰白色、淡黄白色,此类产品在销往欧美等产地收到限制。因此,亟需提出一种谷维素生产工艺,使得产品收率和纯度均能达到令人满意的程度,并且生产工艺绿色环保,不使用有毒或者易燃易爆的试剂。

### 发明内容

[0017] 本发明所要解决的技术问题是,克服现有技术存在的上述缺陷,提供一种谷维素的制备方法,生产过程使用的溶剂以及溶剂残留符合出口标准;提高生产安全性,不使用甲醇等毒性大的溶剂,以及乙醚、己烷、溶剂油等极易燃易爆的有机溶剂;建立适合工业化推广的生产工艺,能规模生产出优质的谷维素工业产品;产品中谷维素实际含量大于98%、收率大于73%,颜色为白色的工业产品,纯度和颜色性能优异;降低生产成本,提高企业的经济和社会效益。

[0018] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案如下:

[0019] 一种以含谷维素的皂脚为原料制备谷维素的方法,包括以下步骤:

[0020] 1)、碱醇热溶:向原料加入乙醇,加热至50-60℃,调节体系至弱碱性,使原料溶解,得溶解液;

[0021] 2)、保温精滤:保持步骤1)中的温度,使用精密过滤器将溶解液过滤;

[0022] 3)、保温超滤膜分离:在50-60℃条件下,将滤液通过耐高温超滤膜进行膜分离,收集1000-5000分子量区段的膜分离液;

[0023] 4)、保温脱色:向膜分离液中加入无机脱色剂,充分搅拌,过滤,得脱色液。

[0024] 5)、酸化中和与过滤:用稀酸中和脱色液,冷却,放置,使沉淀完全析出,离心,收集离心沉淀;

[0025] 6)、洗涤:向离心沉淀中依次进行乙酸乙酯、高浓度乙醇、温水的洗涤,所述洗涤是向离心沉淀加入上述溶剂或溶液的洗涤液,充分搅拌混匀,离心得到离心沉淀,进行下一步的洗涤;

[0026] 7)、干燥。将沉淀干燥,得到谷维素成品。

[0027] 优选地,本发明上述方法步骤1)至步骤4)中体系保持温度在50-60℃。将温度控制在上述范围内,配合其他步骤的工艺条件和参数,可以最大限度提高提取谷维素的效率,并且保证产品中谷维素的纯度,满足了工业化生产制备优质含有谷维素产品的要求。

[0028] 优选地,步骤1)中,所述乙醇是指浓度大于80%的乙醇,优选浓度大于85%的乙醇,更为优选地,采用浓度大于85%的乙醇;乙醇加入量为含谷皂基重量的5-10倍;所述加热是指加热温度至50-60℃;所述调节为弱碱性是指用碱性氢氧化物,比如氢氧化钠,氢氧化剂调节pH为8.5-9.5。

[0029] 之前有文献报导用甲醇调pH的方法提取谷维素,发明人发现用高浓度食用乙醇,全程温度控制在50-60℃,亦可以将谷维素提取出来,且符合出口产品溶剂使用及残留标准。从技术上相对而言,乙醇提取出来的谷维素颜色浅,杂质更少,纯度高。若食用乙醇浓度低,则无法将大部分谷维素提取出来,损失大;若食用乙醇浓度高,则生产中难以回收至高浓度食用乙醇;加热温度至50-60℃。若加热温度高或溶解时间长,则在碱性条件下对谷维素有显著破坏作用,并导致产品收率严重下降;若加热温度低或溶解时间短,则不利于谷维素的溶出,不溶物增加,在降低产品收率的同时,也导致精滤的过滤速度慢;最终调节溶解液的pH过高,则会显著破坏谷维素,导致谷维素产率低;过低则不利于谷维素溶解,从而导致产量少;在合适的pH范围内,体系在后续的膜分离操作中对膜无影响,在膜所承受的pH范围内。

[0030] 优选地,步骤2)中,过滤的温度控制在50℃-60℃;所述过滤采用带有折叠滤芯的精密过滤器,其中滤芯孔径为0.45μm,操作压力为0.2-0.4MPa。

[0031] 若温度高于60℃,则在碱性条件下对谷维素有显著破坏作用,并导致产品收率严重下降;若温度低于50℃,则谷维素的溶出量减少,不溶物增加,在降低产品收率的同时,也导致精滤的过滤速度大幅度下降,从而导致生产效率低下,并容易堵塞滤芯。此外,发明人经多次实验表明,选择上述折叠滤芯对含谷维素的高度乙醇溶液具有良好的过滤效果,所得滤液为澄清透明的溶液;相同条件下,微孔滤膜等滤材极易堵塞,无法正常操作。选择合适的滤芯孔径,是为了与超滤膜分离对溶液的澄清度要求相匹配,孔径过大则透过的杂质多,影响超滤膜的使用寿命;孔径小则过滤速度较慢,影响生产效率。精密过滤器的操作压力受滤芯的影响,当滤芯表面积累杂质增加的时候,相应的操作压力增加,当压力增加到一定程度时,需要及时清理滤芯,以保证过滤的效果和速度。

[0032] 优选地,步骤3)中,是在50-60℃下进行超滤,使用的耐高温超滤膜,材质为聚醚砜,比如GE公司的Duratherm系列(具体的离子包括NF 8040HF、NF R08040、RO 8040HR、NF 8040HR、NF 3840HR、FLD-UF)。可承受温度为70℃。步骤2)滤液保温温度为50℃-60℃,且超滤膜分离操作的保温温度也是相同温度,普通超滤膜只能承受45℃以内温度,因此,本发明通过大量调研,使用耐高温超滤膜,可承受70℃温度,从而适应了谷维素溶液的保温膜分离条件。设置超滤时的温度在50-60℃,若温度高于60℃,则在碱性条件下对谷维素有显著破坏作用,并导致产品收率严重下降;若温度低于50℃,则谷维素的溶出量减少,不溶物增加,在降低产品收率的同时,也导致超滤膜的运行速度大幅度下降,从而导致生产效率低下,并容易堵塞超滤膜。

[0033] 更优选地,步骤3)中,所述膜的截留分子量设置为1000-5000,膜运行压力为1.0-2.0MPa。确定了膜的种类及性能符合要求以后,需要根据谷维素分子量、化学结构和杂质和种类,进一步选择超滤膜的截留分子量。本发明通过大量实验证明,溶液中95%的谷维素分布于膜截留分子量1000-5000范围内,并且溶液颜色由红褐色变成了黄色,即通过此分子量的膜分离,具有显著的脱色和提纯效果。超滤膜需要在适当的压力下运行,压力低则过膜速度慢,压力高则易造成谷维素的损失。

[0034] 进一步优选地,步骤3)中,所述膜分离的顺序,先过分子量为5000的超滤膜,收集膜下游液,即透过液,再将透过液过分子量为1000的超滤膜,收集膜上游液,即截留液。按照上述顺序进行超滤,能进一步提高分离提纯的效果。步骤4)中,脱色时仍保持温度为50-60

℃,若温度高于60℃,则在碱性条件下对谷维素有显著破坏作用,并导致产品收率严重下降;若温度低于50℃,则谷维素的溶出量减少,被无机脱色剂所吸附的量增加,在降低产品收率的同时,也导致板框过滤困难。

[0035] 优选地,步骤4)中,所述脱色剂为活性白土和活性碳中的至少一种,脱色剂添加量为含谷维素的皂脚原料重量的3-6%;更优选地,所述脱色剂为活性白土和活性炭按照质量比1-2:1-2的复配。本发明通过实验证明,活性白土对具有油脂的脂溶性成分具有良好的除油和脱色效果,并可助滤;活性炭在极性溶液中也具有良好的脱色效果,并可助滤。二者协同作用,除油脂和脱色效果更好,同时对最终谷维素的收率影响最小。

[0036] 进一步优选地,步骤4)中,所述过滤方式为滤材为帆布型滤布的板框过滤。板框过滤能完全去除细小的活性白土和活性炭颗粒,并且速度快。因此,在保温条件下,经板框过滤,可以得到淡黄色、澄清透明的脱色液。使用其他过滤方式也可,但无法有效出去颗粒较小的无机脱色剂,或者过滤时间长,因为本发明要维持全程温度控制在50-60℃,长时间的过滤方式不利于降低能耗,节约成本。

[0037] 步骤5)中,所述稀酸为稀盐酸或稀硫酸水溶液,相应浓度为5-10wt%,所调节pH为6.5-7.5。盐酸和硫酸水溶液均可以在生产中用以调节碱性溶液的pH至中性或弱酸性,应用范围广,且不与主产品发生化学反应。浓度低则用量大,浓度高则配置过程产生大量溶解热且不利于劳动安全。最终调节pH过低,则大量脂肪酸附着到主产品谷维素中,不利于谷维素纯化;若pH过高,则主产品析出不完全,收率低。

[0038] 优选地,步骤5)中,所述沉淀完全的时间为5-12h。若沉淀时间短,则谷维素沉淀不完全,降低了收率;若沉淀时间长,则影响生产周期,降低了生产效率。

[0039] 进一步优选地,步骤5)中,所述离心方式为布袋离心。本发明通过比较沉降离心、布袋离心、卧螺离心和碟式离心,发现布袋离心具有最优的效果,可以得到较干燥、颜色浅、性状好的离心沉淀,具有其他离心方式所达不到的干湿度和纯度、色泽。

[0040] 步骤6)中,所述高浓度乙醇是浓度大于85%的食用乙醇,所述温水是指温度在40-45℃的纯化水,比如去离子水,蒸馏水,超纯水。温度超过45℃时,谷维素吸水膨胀明显,反而吸入更多杂质,并难以去除这部分膨胀物质中的水,不利于去除残留乙醇;温度低于40℃时,溶解并去除乙醇效果略差。控制此温度范围,以提高去除乙醇和杂质的效果。

[0041] 本发明通过对比多种有机溶剂,结合生产实际,表明乙酸乙酯具有显著优点:低毒,基本无毒;不属于欧美和日本所禁止使用的溶剂,即可以在生产中使用;对谷维素溶解度小,基本不溶,而对亲脂性杂质和色素具有优良的溶解性能,因此可以精制谷维素,兼具提纯和脱色的双重优点。高浓度食用乙醇和乙酸乙酯可以互溶,通过离心,可以去掉残存的乙酸乙酯;一定温度的纯化水与食用乙醇互溶,通过离心,可以去掉残存的食用乙醇。

[0042] 优选地,步骤6)中,使用高浓度乙醇和/或温水的洗涤步骤中,是向上一步的离心沉淀中加入50-70%的高浓度乙醇/或温水,充分搅拌混匀,离心,再向离心机内分次加入剩余的高浓度乙醇/或温水。所述分次加入的次数没有特别的限定,一般可以为分为2-4次均匀加入剩余洗涤液即可。

[0043] 优选地,步骤6)中离心沉淀的质量和洗涤液,即乙酸乙酯、高浓度乙醇和温水的体积按照质量体积比(kg/L)为1-2:2-5:2-5:3-6进行,优选地,为1-1.3:2-3:3-4:3.5-5。洗涤的顺序按照上述三种溶液依次操作,离心方式为布袋离心。即先乙酸乙酯,然后高浓度食用

乙醇,最后是一定温度的纯化水。相邻2种溶剂,通过布袋离心与分次少量加入的洗涤方式,后一种溶剂可去除前一种溶剂残留。本发明通过实验证明,先利用乙酸乙酯提纯谷维素,再通过高浓度食用乙醇溶出并采用布袋离心去除乙酸乙酯,最后通过一定温度的纯化水溶出并采用布袋离心去除食用乙醇。通过以上三种溶剂的组合使用,结合布袋离心操作,在精制谷维素的同时,也去除了溶剂残留,提升了产品品质和安全性。

[0044] 步骤7)中,所述干燥方式没有特别限定,可与举出的例子包括鼓风干燥或真空干燥或微波真空干燥,干燥温度为55-65℃。谷维素结晶的理化性质在55-65℃下较稳定,可以选择上述干燥方式之一或其组合,以提高生产效率为准。

[0045] 本发明的原理如下所述:是以含谷维素的皂脚为原料提取谷维素,原料中主要含有谷维素以及脂肪酸、亲脂性杂质和脂溶性色素等,这些成分可以被浓度85%以上的食用乙醇在pH为8.5-9.5,温度50-60℃的条件下充分溶解,并且谷维素在此条件下比较稳定;在保温50-60℃的条件下,选择合适的过滤方式,可以将碱性乙醇所不溶解的杂质与溶液分离,并且可以得到澄清透明的溶液,从而保证了精制操作的正常进行以及最终产品溶液的澄清;根据谷维素和杂质在此条件下的溶解特点、各自的分子量和分子结构、体系的温度,选择合适的超滤膜进行膜分离,在脱色的同时,也提高了谷维素的纯度,选择分子量1000-5000的区段,可以得到颜色浅、含量高的谷维素;超滤膜分离后的溶液具有一定颜色,根据油脂的亲脂性特点,可以将无机脱色剂如活性白土和活性炭联用,在进一步去除脂溶性杂质和色素的同时,对谷维素进一步提纯,并且对谷维素的收率的影响降至最低,并通过板框过滤的方式,可以完全去除溶液中残存的无机脱色剂粉末;经过前述工艺分离提纯,谷维素和一些杂质仍然存在于溶液中,根据谷维素不溶于酸性乙醇的性质,通过调节溶液pH为6.5-7.5,使谷维素沉淀析出,而大部分杂质溶解于酸性乙醇中,并通过离心进一步将谷维素与杂质分离,以得到较纯的谷维素;离心所得谷维素尚含有少量亲脂性杂质和色素,本发明采用特定顺序的洗涤步骤,即乙酸乙酯、高浓度乙醇、温水。乙酸乙酯具有显著优点:低毒,基本无毒、不属于欧美和日本所禁止使用的溶剂,可以在生产中使用,对谷维素溶解度小,基本不溶,而对亲脂性杂质和色素具有优良的溶解性能,因此可以精制谷维素,兼具提纯和脱色的双重优点;高浓度食用乙醇和乙酸乙酯可以互溶,通过离心,可以去掉残存的乙酸乙酯;一定温度的纯化水与食用乙醇互溶,通过离心,可以去掉残存的食用乙醇;通过以上三种溶剂按照特定顺序的组合使用,结合布袋离心操作,在精制谷维素的同时,也去除了溶剂残留,提升了产品品质和安全性。

[0046] 本发明提供了一种谷维素实际含量大于99%、颜色为白色的工业产品,即纯度和颜色均达标,并且产品生产过程使用的溶剂以及溶剂残留符合出口标准。

[0047] 本发明方法的有益效果如下:

[0048] 一、按照本发明方法所得谷维素为白色粉末,经紫外-可见分光吸收色谱(UV)检测,所得谷维素的纯度可高达98%以上,杂质含量少,颜色为白色的优质谷维素产品。

[0049] 二、谷维素的最终收率>73%,本发明提供谷维素制备方法兼具了纯度和收率都较高的特点。

[0050] 三、本发明提取制备谷维素的生产过程中,全程控制温度在50-60℃,发明人发现,在该温度范围内,产品谷维素的含量和收率能够取得最佳的平衡。

[0051] 四、产品生产过程使用的溶剂以及溶剂残留符合出口标准,不使用甲醇等毒性大

的溶剂,以及乙醚、己烷、溶剂油等极易燃易爆的有机溶剂;经过检测,没有溶剂残留,提高了产品使用安全性。

[0052] 五、本发明建立适合谷维素提取制备的工业化方法,提工艺简单,生产设备要求低,能规模生产出优质的谷维素工业产品;生产成本低,适合工业化的大规模生产。

### 具体实施方式

[0053] 下面结合实施例对本发明的提取工艺的方法作进一步说明。

[0054] 本发明实施例所使用的原料为含谷维素的皂脚,购于湖南东翔油脂有限公司,谷维素的含量为13.65%。本发明实施例所使用的食用乙醇纯度为95%,需要时用去离子水稀释至需要浓度;乙酸乙酯纯度为99.5%(食品级)。本发明实施例所使用的化学试剂和原辅材料,如无特殊说明,均通过常规商业途径获得。

[0055] 产品中谷维素的含量采用紫外-可见分光吸收色谱(UV)检测。

[0056] 实施例1

[0057] 1、碱醇热溶:先向6m<sup>3</sup>提取罐中加入浓度89%食用乙醇2000L,开启搅拌,在不断搅拌中将600kg含谷维素的皂脚投入提取罐,再继续加入2200L浓度89%食用乙醇。关盖,继续搅拌,开启冷却水,并通蒸汽加热。当加热至54℃时,向提取罐内加入计量好的4wt%氢氧化钠水溶液,调节体系的pH为9.0。取样观察溶液的溶解情况,20min后,原料完全溶解,余少量油渣,得4500L溶解液。

[0058] 2、保温精滤:保持温度54℃,配置精密过滤器折叠滤芯孔径为0.45um,将溶解液通过精密过滤器过滤,保持运行压力0.3MPa,得到澄清的滤液。

[0059] 3、保温超滤膜分离:保持温度54℃,超滤膜管预装聚醚砜材质且最高承受温度为70℃的耐高温膜(GE膜Duratherm HWS UF系列),设2组,分别截留分子量为5000(FLD-UF001)和1000(FLD-UF005),维持膜运行压力1.5MPa,先过分子量为5000的超滤膜,收集膜下游液,再加100L浓度89%的食用乙醇清洗膜残留,合并进料透过液和清洗透过液,得透过液;再将透过液过分子量为1000的超滤膜,收集膜上游液,得4550L截留液,即膜分离液。

[0060] 4、保温脱色:保持温度54℃,向膜分离液中加入32kg活性白土和32kg活性炭充分搅拌20min,板框配以1000目帆布滤布过滤,得微黄色澄清透明的脱色液。

[0061] 5、酸化中和与过滤:在不断搅拌下,用浓度6%稀硫酸调节脱色液的pH至7.0,停止搅拌,通自来水冷却,放置8h,使沉淀完全析出;过三足布袋离心,收集离心沉淀,得204kg湿润的离心沉淀。

[0062] 6、洗涤:向离心沉淀中加入500L乙酸乙酯,充分搅拌混匀,过三足布袋离心,收集离心沉淀;再向沉淀中加入600L浓度89%的食用乙醇,充分搅拌混匀,过三足布袋离心,并向离心机内分2次,每次加入50L浓度89%的食用乙醇,充分透过沉淀,收集离心沉淀;再向沉淀中加入600L,温度40℃的纯化水,充分搅拌混匀,过三足布袋离心,并向离心机内分3次,每次加入50L温度40℃纯化水,充分透过沉淀,收集离心沉淀。

[0063] 7、干燥:将沉淀微波真空干燥,控制干燥温度为62℃,得到63.26kg谷维素成品。

[0064] 经检测,成品谷维素含量99.12%,产品收率76.56%。

[0065] 实施例2

[0066] 1、碱醇热溶:先向3m<sup>3</sup>提取罐中加入浓度92%食用乙醇1000L,开启搅拌,在不断搅

拌中将250kg含谷维素的皂脚投入提取罐,再继续加入1000L浓度92%食用乙醇。关盖,继续搅拌,开启冷却水,并通蒸汽加热。当加热至52℃时,向提取罐内加入计量好的6%氢氧化钠水溶液,调节体系的pH为9.3。取样观察溶液的溶解情况,15min后,原料完全溶解,余少量油渣,得2100L溶解液。

[0067] 2、保温精滤:保持温度52℃,配置精密过滤器折叠滤芯孔径为0.45um,将溶解液通过精密过滤器过滤,保持运行压力0.25MPa,得到澄清的滤液。

[0068] 3、保温超滤膜分离:保持温度52℃,超滤膜管预装聚醚砜材质且最高承受温度为70℃的进口耐高温膜,设2组,分别截留分子量为5000和1000,维持膜运行压力1.7MPa,先过分子量为5000的超滤膜,收集膜下游液,再加100L浓度92%的食用乙醇清洗膜残留,合并进料透过液和清洗透过液,得透过液;再将透过液过分子量为1000的超滤膜,收集膜上游液,得2150L截留液,即膜分离液。

[0069] 4、无机脱色剂保温脱色:保持温度52℃,向膜分离液中加入20kg活性白土和10kg活性炭充分搅拌20min,板框配以1000目帆布滤布过滤,得微黄色澄清透明的脱色液。

[0070] 5、酸化中和与过滤:在不断搅拌下,用浓度9%稀盐酸调节脱色液的pH至7.2,停止搅拌,通自来水冷却,放置10h,使沉淀完全析出;过三足布袋离心,收集离心沉淀,得83kg湿润的离心沉淀。

[0071] 6、洗涤:向离心沉淀中加入250L乙酸乙酯,充分搅拌混匀,过三足布袋离心,收集离心沉淀;再向沉淀中加入230L浓度92%的食用乙醇,充分搅拌混匀,过三足布袋离心,并向离心机内分2次,每次加入50L浓度92%的食用乙醇,充分透过沉淀,收集离心沉淀;再向沉淀中加入250L,温度40℃的纯化水,充分搅拌混匀,过三足布袋离心,并向离心机内分3次,每次加入50L温度40℃纯化水,充分透过沉淀,收集离心沉淀。

[0072] 7、干燥:将沉淀鼓风干燥,控制干燥温度为65℃,得到25.70kg谷维素成品,产品为白色粉末。

[0073] 经检测,成品谷维素含量99.35%,产品收率74.82%。

[0074] 实施例3

[0075] 其他步骤和实施例1相同,区别在于步骤1)-步骤4)中全程控制体系温度为50℃。最终得到60.81kg谷维素成品,经检测,成品谷维素含量99.04%,产品收率73.53%。

[0076] 实施例4

[0077] 其他步骤和实施例1相同,区别在于步骤1)-步骤4)中全程控制体系温度为56℃。最终得到62.11kg谷维素成品,经检测,成品谷维素含量99.26%,产品收率75.28%

[0078] 实施例5

[0079] 其他步骤和实施例1相同,区别在于步骤1)-步骤4)中全程控制体系温度为60℃。最终得到61.53kg谷维素成品,经检测,成品谷维素含量99.18%,产品收率74.51%。

[0080] 实施例6

[0081] 其他步骤和实施例1相同,区别在于步骤4)中脱色剂仅使用64kg的活性白土,最终得到61.18kg谷维素成品,经检测,成品谷维素含量98.67%,产品收率73.71%。

[0082] 实施例7

[0083] 其他步骤和实施例1相同,区别在于步骤4)中脱色剂仅使用64kg的活性炭,最终得到61.90kg谷维素成品,经检测,成品谷维素含量98.25%,产品收率74.26%。

[0084] 实施例8

[0085] 其他步骤和实施例1相同,区别在于步骤3)中先过分子量为1000的超滤膜,收集膜下游液,再加100L浓度92%的食用乙醇清洗膜残留,合并进料透过液和清洗透过液,得透过液;再将透过液过分子量为5000的超滤膜,最终得到61.09kg谷维素成品,经检测,成品谷维素含量98.14%,产品收率73.20%。

[0086] 对比例1

[0087] 其他步骤和实施例1相同,区别在于步骤1)-步骤4)中全程控制体系温度为46℃。最终得到57.79kg谷维素成品,经检测,成品谷维素含量95.38%,产品收率67.30%。

[0088] 对比例2

[0089] 其他步骤和实施例1相同,区别在于步骤1)-步骤4)中全程控制体系温度为43℃。在步骤3)保温超滤膜分离时,发生膜的堵塞,无法有效生产。

[0090] 对比例3

[0091] 其他步骤和实施例1相同,区别在于步骤1)-步骤4)中全程控制体系温度为65℃。最终得到54.46kg谷维素成品,经检测,成品谷维素含量96.72%,产品收率64.31%。

[0092] 对比例4

[0093] 其他步骤和实施例1相同,区别在于,步骤6)洗涤,将乙酸乙酯替换为异戊醇,最终得到61.94kg谷维素成品,经检测,成品谷维素含量95.84%,产品收率72.48%。

[0094] 对比例5

[0095] 其他步骤和实施例1相同,区别在于,步骤6)的洗涤中,洗涤的次序变为向离心沉淀中加入500L乙酸乙酯,充分搅拌混匀,过三足布袋离心,收集离心沉淀;再向沉淀中加入600L,温度40℃的纯化水,充分搅拌混匀,过三足布袋离心,并向离心机内分3次,每次加入50L温度40℃纯化水,充分透过沉淀,收集离心沉淀;再向沉淀中加入600L浓度89%的食用乙醇,充分搅拌混匀,过三足布袋离心,并向离心机内分2次,每次加入50L浓度89%的食用乙醇,充分透过沉淀,收集离心沉淀。最终得到61.75kg谷维素成品,经检测,成品谷维素含量96.38%,产品收率72.67%。

[0096] 对比例6

[0097] 其他步骤和实施例1相同,区别在于,步骤6)的洗涤中,省略乙酸乙酯的洗涤,直接进行乙醇和温水的洗涤。最终得到64.75kg谷维素成品,经检测,成品谷维素含量91.36%,产品收率72.23%。

[0098] 上述详细说明是针对本发明其中之一可行实施例的具体说明,该实施例并非用以限制本发明的专利范围,凡未脱离本发明所为的等效实施或变更,均应包含于本发明技术方案的范围之内。