

黄姜皂素母液回收皂素工艺研究*

张亚雄** 胡 滨 胡为民 朱林锋
(三峡大学化学与生命科学学院 湖北宜昌 443003)

摘要 介绍从黄姜生产皂素的废母液中回收皂素的工艺研究。采用清洁剂除油去杂, 添加填充剂加溶剂萃取等措施, 可从 100g 废母液中回收得到 2g 以上的皂素。

关键词 萃取 废母液 皂素回收

三峡地区蕴藏丰富的黄姜资源, 黄姜是世界上薯蓣植物中薯蓣皂甙元含量较高的种类, 是生产激素原料药皂素的最佳材料。工业上以黄姜的根茎为原料采取自然发酵后酸水解分离皂甙元^[1], 萃取结晶^[2]得皂素。生产中多次套用后的结晶废母液中还含有 3%~4% 左右的皂素^[3]。由于废母液成分复杂, 植物油脂、植物树脂、色素等组分胶黏在一起^[4], 呈黑色胶体状, 难于处理, 企业多作废弃物处理, 相对黄姜中薯蓣皂甙的含量才 1% 左右^[5], 回收废母液中的皂素是十分有意义的工作。

本课题在提高薯蓣植物的综合利用价值的基础上, 研究了废母液中皂素的分离方法, 采用萃取和去除油脂方法相结合的工艺, 回收了废母液中的皂素, 带来环境效益和经济效益的共同提高。

1 实验材料与方法

1.1 仪器药品

黄姜母液、萃取剂 I、萃取剂 II、萃取剂 III、氧化钙、清洁剂、粉末状活性碳、稀盐酸、皂素标准样、色谱分析甲醇。

萃取设备: 真空抽滤泵; 冷凝器; 恒温水浴槽; 高效液相色谱(Waters)。

1.2 工艺路线(见图 1)

1.3 实验步骤

(1) 母液预处理: 取废母液 100ml, 加入 200ml 质量分数 0.2% 的清洁剂溶液, 在 70℃ 恒温水浴槽中搅拌加热反应 0.5h, 静置分液得上层的油膏状母

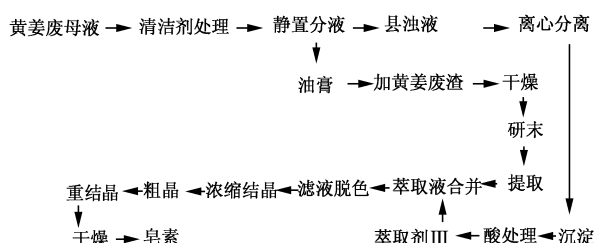


图 1

液(以下称为油膏)和下层的悬浊液(以下称为悬浊液)。

(2) 萃取: 取生产皂素后的黄姜废渣与油膏以质量比为 1: 2.25 混合(以下称待分离物)。100℃ 下恒温干燥 15h。干燥后的待分离物研磨成粉末状, 以萃取剂 I、萃取剂 II 比例是 3: 1(V: V), 提取 6h。

(3) 悬浊液分离: 将悬浊液分装入离心管在 10000r/min 下离心 15min, 弃去上层液体, 用 5% 的盐酸溶液洗脱沉淀; 以质量比洗脱液: 萃取剂 III 等于 4: 1 的萃取, 保留萃取液。萃取液与方案一或方案二的提取液合并(以下称合并液)。

(4) CaO 处理: 称取 10gCaO 与合并液混合, 沸腾回流 0.5h, 趁热过滤。

(5) 活性炭脱色: 称取 25g 活性炭加入到滤液中, 沸腾回流 1.5h, 趁热抽滤, 滤饼用少量萃取剂洗涤。

(6) 浓缩结晶: 脱色后的溶液呈黄色, 浓缩结晶得到皂素粗品并回收溶剂。

(7) 粗品精制: 将粗品用滤纸包好放入真空干燥箱干燥。

(8) 熔点测定: 将制得的皂素用熔点仪测熔点, 并测标准皂素样的熔点作比较。

收稿日期: 2003 10 24 修回日期: 2004 01 07

* 湖北省教育厅自然科学技术创新项目(SDZ2003J001)

** 电子信箱: zhangyx443@sohu.com

(9)HPCL 测产物纯度, 重量法测产率。

2 实验结果与分析

2.1 单级萃取方案确立

利用单级萃取比连续萃取节约时间。通过 Lieberman 反应检验萃取液中是否含有皂素的实验表明^[5], 单级萃取 6h 后的萃取液 Lieberman 反应呈阴性, 而连续萃取至 8h 时仍然呈阳性反应。

2.2 母液预处理条件

母液预处理的目的是除去其中大量的油脂, 而色素是不会被除去的。实验中应表现为母液的黏度变小。基于此点, 经反复试验确定最佳处理条件是 0.2% 清洁剂溶液与母液以体积比 2:1 在 70℃ 恒温处理 0.5h。

2.3 高效液相色谱分析

经过以上工艺反复实验后, 每 100ml 母液平均可回收得到 2.0124g 皂素。200.7nm 处做高效液相吸收光谱比较, 经过与标准皂素的色谱比较计算产品皂素的含量: 86.02%。

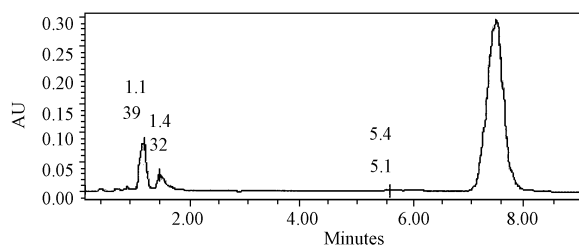


图2 皂素标准品 HPLC200.7nm 处谱图

Fig. 2 Chromatogram of standard sample of diosgenin by HPLC on 200.7nm

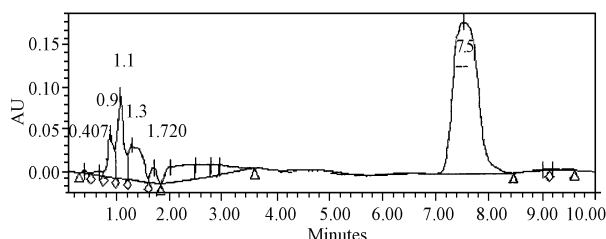


图3 废母液提取皂素 HPLC200.7nm 处谱图

Fig. 3 Chromatogram of diosgenin from diosgenin spent mother liquor by HPLC on 200.7nm

3 结论

通过黄姜废母液回收皂素工艺研究, 采用 70℃ 下先预处理废母液, 添加一定量的黄姜废渣 100℃ 恒温干燥 10h, 80~100℃ 下萃取 6h, 5% 的 CaO 加热除油, 10% 的活性炭 80~100℃ 脱色, 过滤, 浓缩结晶, 平均从 100ml 废母液(皂素含量 3% 左右)中得到了 2g 以上、皂素含量为 86.02% 的皂素产品。

参考文献

- [1] 谌芳. 苦良姜中薯蓣皂甙元的提取及应用. 云南化工, 2000, 27(5): 17~18
- [2] 刘锡葵, 吕春朝, 杨崇仁. 萃取技术在皂素生产中的应用. 化学研究与应用, 1999, 11(5): 583~584
- [3] 周振起, 封玉贤. 薯蓣皂甙元分离工艺的研究及综合利用. 西北植物学报, 1995, 15: 254~258
- [4] 范正国. 从皂素(diosgenin)废母液中回收皂素. 湖南化工, 1995, 25(3): 44~45
- [5] 马敬中, 等. 黄姜中皂素的提取及含量分析. 广西师范大学学报, 2000, Jun: 111~113

Study on Processing Technology of Isolation and Recovery from Diosgenin Spent Mother Liquor

ZHANG Ya xiong HU Bin HU Wei min ZHU Lin feng

(Chemistry & Life Science Institute of Three Gorges University, Hubei Yichang 443003, China)

Abstract This paper introduced the Recovery technology of diosgenin from diosgenin spent mother liquor by using append filler and extraction and removing oil, with recovery of over 2g from 100ml Spent mother liquor.

Key words Extraction Spent mother liquor Recovery diosgenin