



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101962396 A

(43) 申请公布日 2011.02.02

(21) 申请号 200910100770.2

(22) 申请日 2009.07.21

(71) 申请人 浙江大学

地址 310027 浙江省杭州市浙大路 38 号

(72) 发明人 叶瑛 夏枚生 张路 戴凌青

李海晏 姚志通

(74) 专利代理机构 杭州求是专利事务所有限公

司 33200

代理人 张法高

(51) Int. Cl.

C07H 15/256 (2006.01)

C07J 63/00 (2006.01)

C07H 1/08 (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

### (54) 发明名称

一种从油茶饼粕、茶粕或茶枯中制取茶皂素的方法

### (57) 摘要

本发明公开了一种从油茶饼粕、茶粕或茶枯中制取茶皂素的方法。具体步骤如下:1) 将油茶饼粕、茶粕或茶枯烘干,粉碎,加入高能研磨机中,另取油茶饼粕、茶粕或茶枯重量 1~20% 的研磨助剂,加入高能研磨机中固态研磨;2) 取步骤 1) 制得的研磨粉体,加水,搅拌下提取,过滤,合并滤液;3) 在步骤 2) 所得滤液加酸,结晶析出,搅拌,使结晶完全,得茶皂素粗品;4) 取步骤 3) 所得茶皂素粗品,用茶皂素粗品重量 10~35 倍的含水乙醇-丙酮复合溶剂重结晶,得茶皂素精品。本发明克服了现有有机溶剂提取法茶皂素提取率低、工艺设备繁杂、成本高、溶剂不易回收的缺点。本发明方法提取率高、工艺简单、设备投资少、操作条件温和,环境污染少,产品纯度高。

1. 一种从油茶饼粕、茶粕或茶枯中制取茶皂素的方法,其特征在于它是以油茶饼粕、茶粕或茶枯为原料,经粉碎、高能研磨、水浸提、酸化、重结晶得茶皂素,具体步骤如下:

1) 将油茶饼粕、茶粕或茶枯原料烘干,粉碎,加入高能研磨机中,另取原料重量 1 ~ 20% 的研磨助剂,加入高能研磨机中固态研磨 15 分钟 ~ 3 小时;

2) 取步骤 1) 制得的研磨粉体,加入研磨粉体重量 5 ~ 50 倍的水,搅拌,过滤 3 ~ 5 次,合并滤液;

3) 在步骤 2) 所得滤液中加酸,结晶析出,搅拌,使结晶完全,得茶皂素粗品;

4) 取步骤 3) 所得茶皂素粗品,用茶皂素粗品重量 10 ~ 35 倍的溶剂重结晶 2 ~ 3 次,得茶皂素精品。

2. 如权利要求 1 所述的一种从油茶饼粕、茶粕或茶枯中制取茶皂素的方法,其特征在于所述的研磨助剂为碳酸钠、碳酸氢钠、氢氧化钠、碳酸钾、碳酸氢钾或氢氧化钾或氯化铵中的一种或多种。

3. 如权利要求 1 所述的一种从油茶饼粕、茶粕或茶枯中制取茶皂素的方法,其特征在于所述的高能研磨机为行星球磨机、搅拌球磨机或振动研磨机。

4. 如权利要求 3 所述的一种从油茶饼粕、茶粕或茶枯中制取茶皂素的方法,其特征在于所述的酸为冰乙酸、盐酸或硫酸。

5. 如权利要求 4 所述的一种从油茶饼粕、茶粕或茶枯中制取茶皂素的方法,其特征在于所述的溶剂为水、乙醇或丙酮中的一种或多种。

## 一种从油茶饼粕、茶粕或茶枯中制取茶皂素的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及茶籽产业深加工利用领域,尤其涉及一种从油茶饼粕、茶粕或茶枯中制取茶皂素的方法。

### 背景技术

[0002] 茶皂素是从油茶饼粕、茶粕或茶枯中提取的一种皂类。其基本结构由三萜皂甙、结构糖、结构酸组成。纯的茶皂素为乳白色或淡黄色固体无定形粉末,熔点为 223-224℃,平均分子式为  $C_{57}H_{90}O_{26}$ ,相对分子质量为 1200-2800。茶皂素具有泡沫低、酸性低、扩散快、易清洗、挥发快的特点,被广泛应用于洗涤剂;茶皂素具有抗渗、消炎、镇痛、抗癌、祛痰、止咳等药理功能,广泛用于医药工业制药生产等领域,用作防止高血压药物、抗共模剂、抗肿瘤剂、青霉素添加剂、狂犬菌苗稀释剂、生产药用刺囊酸等;茶皂素具有杀菌、杀虫以及促进植物生长等多种生理作用,其作为主要原料制备的系列杀虫剂、杀菌剂可用于柑桔、水稻的大面积杀虫;茶皂素可用于加气混凝土的气泡稳定剂和稳泡发气等;茶皂素还被用于加气混凝土浇注、金属切削、胶粘剂、泡沫钻井、泡沫排水等,性能明显优于其它产品。

[0003] 目前茶皂素普遍采用溶剂提取法制取,常用的提取溶剂有含水甲醇、含水乙醇、正丁醇、水等。有机溶剂提取法工艺设备繁杂、成本高,且多数有机溶剂具有毒性,污染环境,且易燃易爆,存在生产安全隐患;传统水提法工艺简单、成本低、投资少、见效快,但是蒸发量大、能耗高、生产周期长且提取的茶皂素纯度低、颜色深、质量差,产品多为浆料,再纯化困难,只能用于农药、沥青乳化剂,不能应用于化妆品、增溶、起泡、生产试剂等方面,对茶皂素资源利用与开发不利。

[0004] 如上所述,背景技术中的制取茶皂素方法尚有一些不足之处,本发明的目的在于提供一种从油茶饼粕、茶粕或茶枯中制取茶皂素的方法,它是利用茶皂素呈弱酸性,在高速研磨机中与研磨助剂进行固相反应生成水溶性的茶皂素钠盐、钾盐或铵盐,经水浸提、酸化、重结晶得茶皂素精品。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的是克服现有技术的不足,提供一种从油茶饼粕、茶粕或茶枯中制取茶皂素的方法。

[0006] 从油茶饼粕、茶粕或茶枯中制取茶皂素的方法是以油茶饼粕、茶粕或茶枯为原料,经粉碎、高能研磨、水浸提、酸化、重结晶得茶皂素,具体步骤如下:

[0007] 1) 将油茶饼粕、茶粕或茶枯原料烘干,粉碎,加入高能研磨机中,另取原料重量 1~20% 的研磨助剂,加入高能研磨机中固态研磨 15 分钟~3 小时;

[0008] 2) 取步骤 1) 制得的研磨粉体,加入研磨粉体重量 5~50 倍的水,搅拌,过滤 3~5 次,合并滤液;

[0009] 3) 在步骤 2) 所得滤液中加酸,结晶析出,搅拌,使结晶完全,得茶皂素粗品;

[0010] 4) 取步骤 3) 所得茶皂素粗品,用茶皂素粗品重量 10~35 倍的溶剂重结晶 2~3

次,得茶皂素精品。

[0011] 所述的研磨助剂为碳酸钠、碳酸氢钠、氢氧化钠、碳酸钾、碳酸氢钾或氢氧化钾或氯化铵中的一种或多种。所述的高能研磨机为行星球磨机、搅拌球磨机或振动研磨机。所述的酸为冰乙酸、盐酸或硫酸。所述的溶剂为水、乙醇或丙酮中的一种或多种。

[0012] 本发明与现有技术的比较所具有的优点是提取率高、工艺简单、设备投资少、操作条件温和,环境污染少,产品纯度高;避免有毒、易燃易爆有机溶剂的使用;避免了传统水提取法限制茶皂素进一步纯化的弊端。

#### 附图说明

[0013] 附图是实施例 1 茶皂素的红外光谱图。

#### 具体实施方式

[0014] 本发明结合以下实例作进一步的说明,但本发明的内容不仅限于实施例中所涉及的内容。

##### [0015] 实施例 1

[0016] 1) 称取 50 克茶籽饼,烘干粉碎,另称取 0.5 克碳酸钠,一并加入 PM100 型行星球磨机中,球磨介质为玛瑙球,介质与物料比为 1 : 1(w/w),转速为 650 转 / 分钟,研磨 15 分钟;

[0017] 2) 取步骤 1) 制得的研磨粉体,用 250 克蒸馏水,室温搅拌,过滤 3 次,合并滤液;

[0018] 3) 在步骤 2) 所得滤液中加入冰乙酸,搅拌,使结晶析出完全,得茶皂素粗品 4.9 克。

[0019] 4) 取步骤 3) 所得茶皂素粗品,用 49 克蒸馏水重结晶三次,得茶皂素精品,其红外光谱图见附图。

##### [0020] 实施例 2

[0021] 1) 称取 100 克茶籽粕,烘干粉碎,另称取 10 克碳酸氢钠,加入 8000D-230 型高能振动研磨机中,球磨介质为玛瑙球,介质与物料比为 1 : 1(w/w),转速为 600 转 / 分钟,研磨 180 分钟;

[0022] 2) 取步骤 1) 制得的研磨粉体,用 500 克蒸馏水,室温搅拌,过滤 5 次,合并滤液;

[0023] 3) 在步骤 2) 所得滤液中加入盐酸,搅拌,使结晶析出完全,得茶皂素粗品 11.2 克。

[0024] 4) 取步骤 3) 所得茶皂素粗品,用 224 克乙醇结晶二次,得茶皂素精品。

##### [0025] 实施例 3

[0026] 1) 称取 100 克油茶粕,烘干粉碎,另称取 15 克氢氧化钠,加入 GSY-2 型搅拌球磨机中,球磨介质为玛瑙球,介质与物料比为 1 : 1(w/w),转速为 500 转 / 分钟,研磨 120 分钟;

[0027] 2) 取步骤 1) 制得的研磨粉体,用 1080 克蒸馏水,室温搅拌,过滤 4 次,合并滤液;

[0028] 3) 在步骤 2) 所得滤液中加入硫酸,搅拌,使结晶析出完全,得茶皂素粗品 10.3 克。

[0029] 4) 取步骤 3) 所得茶皂素粗品,用 103 克乙醇重结晶三次,得茶皂素精品。

##### [0030] 实施例 4

[0031] 1) 称取 100 克油茶饼粕,烘干粉碎,另称取 18 克碳酸钾,加入 AGO-2 型行星球磨机中,球磨介质为玛瑙球,介质与物料比为 1 : 1(w/w),转速为 1290 转 / 分钟,研磨 60 分钟;

[0032] 2) 取步骤 1) 制得的研磨粉体,用 2000 克蒸馏水,室温搅拌,过滤 5 次,合并滤液;  
[0033] 3) 在步骤 2) 所得滤液中加入冰乙酸,搅拌,使结晶析出完全,得茶皂素粗品 9.9 克。

[0034] 4) 取步骤 3) 所得茶皂素粗品,用 346.5 克丙酮重结晶三次,得茶皂素精品。

[0035] 实施例 5

[0036] 1) 称取 100 克茶枯,烘干粉碎,另称取 15 克碳酸氢钾,加入 AGO-2 型行星球磨机中,球磨介质为玛瑙球,介质与物料比为 1 : 1(w/w),转速为 1290 转 / 分钟,研磨 120 分钟;

[0037] 2) 取步骤 1) 制得的研磨粉体,用 2500 克蒸馏水,室温搅拌,过滤 3 次,合并滤液;

[0038] 3) 在步骤 2) 所得滤液中加入盐酸,搅拌,使结晶析出完全,得茶皂素粗品 11.4 克。

[0039] 4) 取步骤 3) 所得茶皂素粗品,用 285 克乙醇 - 丙酮溶剂重结晶三次,得茶皂素精品。

[0040] 实施例 6

[0041] 1) 称取 100 克茶枯,烘干粉碎,另称取 10 克氢氧化钾,加入 AGO-2 型行星球磨机中,球磨介质为玛瑙球,介质与物料比为 1 : 1(w/w),转速为 1290 转 / 分钟,研磨 45 分钟;

[0042] 2) 取步骤 1) 制得的研磨粉体,用 3500 克蒸馏水,室温搅拌,过滤 5 次,合并滤液;

[0043] 3) 在步骤 2) 所得滤液中加入硫酸,搅拌,使结晶析出完全,得茶皂素粗品 11.5 克。

[0044] 4) 取步骤 3) 所得茶皂素粗品,用 230 克水 - 乙醇溶剂重结晶三次,得茶皂素精品。

[0045] 实施例 7

[0046] 1) 称取 100 克茶枯,烘干粉碎,另称取 13 克氯化铵,加入 AGO-2 型行星球磨机中,球磨介质为玛瑙球,介质与物料比为 1 : 1(w/w),转速为 1290 转 / 分钟,研磨 90 分钟;

[0047] 2) 取步骤 1) 制得的研磨粉体,用 4000 克蒸馏水,室温搅拌,过滤 4 次,合并滤液;

[0048] 3) 在步骤 2) 所得滤液中加入冰乙酸,搅拌,使结晶析出完全,得茶皂素粗品 11.8 克。

[0049] 4) 取步骤 3) 所得茶皂素粗品,用 118 克水 - 丙酮溶剂重结晶三次,得茶皂素精品。

[0050] 实施例 8

[0051] 1) 称取 100 克茶枯,烘干粉碎,另称取 12 克碳酸钠、2 克碳酸氢钠、1 克碳酸钾,加入 AGO-2 型行星球磨机中,球磨介质为玛瑙球,介质与物料比为 1 : 1(w/w),转速为 1290 转 / 分钟,研磨 150 分钟;

[0052] 2) 取步骤 1) 制得的研磨粉体,用 4500 克蒸馏水,室温搅拌,过滤 3 次,合并滤液;

[0053] 3) 在步骤 2) 所得滤液中加入冰乙酸,搅拌,使结晶析出完全,得茶皂素粗品 11.8 克。

[0054] 4) 取步骤 3) 所得茶皂素粗品,用 236 克含水乙醇 - 丙酮复合溶剂重结晶三次,得茶皂素精品。

[0055] 实施例 9

[0056] 1) 称取 100 克茶籽饼,烘干粉碎,另称取碳酸氢钠、碳酸钾、碳酸氢钾各 1 克、碳酸钾 15 克,加入 AGO-2 型行星球磨机中,球磨介质为玛瑙球,介质与物料比为 1 : 1(w/w),转速为 1290 转 / 分钟,研磨 180 分钟;

[0057] 2) 取步骤 1) 制得的研磨粉体,用 5000 克蒸馏水,室温搅拌,过滤 4 次,合并滤液;

[0058] 3) 在步骤 2) 所得滤液中加入硫酸,搅拌,使结晶析出完全,得茶皂素粗品 10.6 克。

[0059] 4) 取步骤 3) 所得茶皂素粗品,用 180 克含水 - 乙醇 - 丙酮溶剂重结晶三次,得茶皂素精品。

