

JINGGANGSHAN UNIVERSITY

**本科毕业论文（设计）**

题目 **年产100吨无患子皂苷的车间设计**

学 院 化学化工学院

专 业 化学工程与工艺

班 级 化工13(本1)

学 号 130714031

姓 名 徐嘉正

指导教师 林俊岳

起讫时间 2016年9月 — 2017年6月

教 务 处 印 制

**摘要**

[无患子](http://baike.baidu.com/view/51573.htm" \t "_blank)皂苷是野生落叶乔木无患子皮的提取物，主要表面活性成分为[三萜](http://baike.baidu.com/subview/2024856/2024856.htm" \t "_blank)[皂苷](http://baike.baidu.com/subview/44121/44121.htm" \t "_blank)类(Ⅰ)、[倍半萜](http://baike.baidu.com/subview/1250644/1250644.htm" \t "_blank)[糖苷](http://baike.baidu.com/subview/604301/604301.htm" \t "_blank)类(Ⅱ)、脂肪油和蛋白质，是一种天然的[非离子型表面活性剂](http://baike.baidu.com/subview/3740735/3740735.htm" \t "_blank)，纯天然产品，[无添加](http://baike.baidu.com/subview/635266/635266.htm" \t "_blank)任何人工合成洗涤剂、香精、[色素](http://baike.baidu.com/view/92530.htm" \t "_blank)和防腐剂。具有很强的降低[表面张力](http://baike.baidu.com/subview/263802/263802.htm" \t "_blank)的作用，用于皮肤清洁（沐浴、洗脸、洗手、洗发）和衣物洗涤，洗洁性能好，有效清除污垢，无异味，抗菌美容，增白、祛斑、[祛痘](http://baike.baidu.com/subview/366555/366555.htm" \t "_blank)、防治皮肤病。可以100%降解，并且温和无刺激，所以不会产生有害人体健康和有害环境的残留物。本文比较了不同提取工艺，并以无患子果皮为原料，采用水提-大孔树脂吸附分离工艺将无患子皂苷从天然无患子果皮中提取分离。根据水提法工艺，设计了提取工艺中的提取罐，提取罐体积为15.8443m3，总换热面积为20.5m2。采用AB-8型树脂塔吸附，去离子水洗涤脱糖，正丁醇洗脱；减压浓缩回收正丁醇；喷雾干燥，造粒。除此以为，本文还对公用工程进行了初步设计。

**关键词：**无患子；无患子皂苷；水提取；大孔树脂吸附。

**Abstract**

Soapberry-saponin eaxtracted from the rind peel of sapindus which belongs to wild deciduous trees,whose main surface active components in triterpenoid saponins (Ⅰ), and a half times the terpene indican class (Ⅱ) oil, fat and protein, which is a kind of natural, pure natural products, without adding any artificial synthetic detergent, essence, pigment and preservatives.It has a Strong effect of reducing surface tension, which can used for skin cleaning (bath, face and hands, shampoo) and washing clothes. Its cleaning performance is good, which can effectively remove dirt.It has no odor, it is antibacterial and beauty,it canbe used for whitening, removing freckle and acne, prevention and treatment of skin diseases. It can be100% degradated , it is gentle and non- stimulating, it don't produce residues which is harmful to human health and environment. This paper compares the different extraction technology, with the peel of soapberry as raw material, we adapt water extraction and macroporous resin adsorption separation to sepetate and purify sapindus-saponin. According to the water formulation process, we designed the extraction trank of the extraction process, whose volume is 15.8443 m3 and total heat transfer area is 20.5 m2. we adsorb by AB - 8 resin tower, use deionized water washing to soapberry off the sugar, use n-butyl alcohol to elute; and use reduced pressure concentration to recovery n-butyl alcohol; spray drying, prilling. In addition, this article also design the utilities preliminarily.

**Keywords:** Sapindus,Sapindus-saponin,water extract, by macroporous resin adsorption.

目录

1. **综述**

### 1.1 前言

现如今环境污染问题日益严重，水污染更加导致了洁净水资源日益匮乏。在人类的生活和生产的过程中都需要大量的洁净水，同时也产生了大量的废水。并且人们的日常生活用水量很大，同时便产生了大量的生活污水，导致污水处理的工作非常艰巨。如果直接排放不但会使土壤遭到污染，而且使更多的洁净水资源遭到污染，这就要求我们在各方面上减少污水的排放量。当今，人们所使用的洗涤剂基本都是日化洗涤剂，这类洗涤剂大多数是含有氮磷元素成分，氮磷元素是生物生长所必需的营养元素。氮磷元素的富集，则导致水体富营养化，从而导致藻类迅速繁殖，最终产生水华或赤潮现象，使得水中含氧量急剧降低。人畜若长期饮用因水体富营养化产生有毒有害物质超标的水，会导致中毒致病［1］。在2007年,江苏太湖就发生过这样的水华事件：由于水源地附近蓝藻大量堆积，厌氧分解过程中产生了大量的NH3、硫醇、硫醚以及硫化氢等异味物质，造成无锡全城自来水污染。生活用水和饮用水严重短缺。水污染问题早已引起社会各界人士的关注，许多日化洗涤剂工厂已经改进技术开始生产出多种无磷洗涤剂，大量科研人士也开始将研究方向转至人类使用已久的纯天然植物洗涤剂。

随着现代工业的迅速发展，越来越多的人对天然洗涤剂浑然不知。仅是老一辈人对无患子、皂荚类的天然洗涤剂有所了解。如今，由于日化洗涤剂越来越不符合人类的生活所需，人们再次想起了纯天然、无污染并且在自然条件下能完全降解的天然洗涤剂。

我国林业资源丰富，适宜无患子种植的地区也非常多。种植无患子树，既可以满足绿化要求，又可当做为经济材料，因此，无患子树的种植已经在各个地方兴起。无患子自古以来就可以作为肥皂和药材使用；无患子所含皂苷是优良的非离子型表面活性剂，当代发展如此迅速的精细有机化工，如洗面奶、化妆品、衣物洗涤剂、洗洁精等需要大量优良的表面活性剂。无患子果皮的质量占果实质量的比重大，约55.6%,果皮当中含有的皂苷约占果皮总质量的24%,果皮中还含有纤维二糖、甘露糖等糖类[2]及脂肪。无患子树不仅可以作为生物柴油的原料树进行推广种植，也可以作为特种植物油脂开发利用［3］。因此，无患子潜在着巨大的市场。本文以化工原理和化工设备为基础，对年产一定量的无患子皂苷车间进行设计。

## 1.2 概述

无患子（学名：Sapindus），本草纲目称为木患子，四川称油患子，海南岛称苦患树，台湾又名黄目子，亦被称为油罗树、洗手果、肥皂果树、菩提子。无患子与荔枝跟龙眼同属无患子科，其他地方名：搓目子、假龙眼、鬼见愁等等。相传以无患树的木材制成的木棒可以驱魔杀鬼，因此名为无患。而拉丁学名Sapindus是soap indicus的缩写，意思是“印度的肥皂”，因为它那厚肉质状的果皮含有皂素，只要用水搓揉便会产生泡沫，可用于清洗，是古代的主要清洁剂之一。约有13种，分布于亚洲、美洲和大洋洲。中国产于长江流域以南。

无患子是一种天然草本植物，属无患子科落叶乔木树种。其果肉是天然的洗涤用品。在没有日化洗涤剂的时代，人们将无患子果实浸泡直接用来洗头、沐浴，因此又被称作“肥皂树”。早在明代李时珍《本草纲目》就有记载，无患子又名菩提子、鬼见愁。高山大树也，子果核坚圆如珠，具有除污祛斑，柔嫩皮肤等功效。无患 子的药用价值，经现代医学研究表明，其果皮含皂苷、维C10等多种氨基酸，种仁含40%脂肪油，是优良的“生物柴油”，无患子花是一种优良蜜源，一旦推广，其生态价值、经济价值极其可观。

无患子也称为“肥皂树”，自古以来人们就有把无患子果实浸泡液用来洗头、沐浴、洗衣服的传统习惯。用现代科学方法生产的无患子产品是优良的纯天然日化、洗涤用品。泡沫丰富、洗涤性能好、抗菌美容，防治皮肤病。纯天然产品，长期使用不会对环境生产任何污染。 无患子树是园林观赏树种，也是当前绿化造林的首选树种。也是优良蜜源的树种。无患子的木材材质致密，木材物理力学性质好，较坚硬，花纹美观，是木质家具、工艺品的优良原料。

无患子皂苷为无患子果实的果肉提取物，皂苷物质主要由三萜皂苷类（I）和倍半萜糖苷类（II）组成。这两种物质都是非离子型纯天然费表面活性物质，降低表面张力的作用非常强，且对人畜基本无害能够在自然条件下完全降解。无患子皂苷能够在水溶剂和甲醇、乙醇、正丁醇等醇类溶剂中溶解。三萜皂苷类（I）和倍半萜糖苷类（II）的结构图如下。

 

## 1.3无患子皂苷的价值

无患子皂苷在工业、园林、医药领域有很大的用途。无患子在很早时期就用于日常洗涤之用，以此用来洗手、洗脸、洗发、沐浴、洗衣物及餐具清洗和简单的消毒。无患子皂苷还有有杀菌消毒、美容增白、预防及治疗皮肤病等功效。提取分离的皂苷已开始用于配制洗发香波等洗涤类产品［6］。

##### 1.3.1 工业价值

无患子皂苷作为一种优良的表面活性剂，在日化方面具有广阔的用途。在日常生活方面，人们所用的化妆品、洗发水、洁面乳、洗洁精、沐浴露以及各种洗涤剂中都含有大量的表面活性剂。在农药方面，无患子皂苷对棉蚜虫、甘薯金华虫和红蜘蛛等害虫都具有良好的杀灭作用［9］，并且作为天然植物成分，不同于其他农药一样对环境尤其是土壤造成污染，无患子皂苷可以完全降解无残留，因此无患子可以作为良好的生物农药进行研发及推广。

##### 1.3.2 园林价值

无患子为落叶乔木的高等陆生植物, 枝开展，叶互生；无托叶，且有柄，生长速度快，寿命长。无患子树喜阳，耐寒性强，对土壤营养程度要求不高，根深，抗风性和耐旱性强。

无患子树还对SO2具有较强的抵抗能力，适宜在工业园区、工业园区周边及工业城市种植进行绿化。无患子树一年一结果，核果球形，熟时黄色或棕黄色，到了冬季满树叶片金黄，是园林优良的观叶、观果树种。无患子种子更能用作佛教菩提子，因此，无患子种子又称作菩提子。无患子树树干高大粗壮，可与其他低矮喜阴植物套种混种以高效率利用土壤。所以，无患子树木具有巨大的园林价值。

##### 1.3.3 医药价值

皂苷，意为肥皂，皂苷的苷原是三萜或螺旋甾烷类化合物的一类糖苷。人们熟知的人参中就含有三萜皂苷，人参皂苷功效很多，既可以提高记忆力、延缓衰老、增强免疫力，又能治疗冠心病、高血压、糖尿病，还有抗癌作用。患子也含有皂苷成分，其皂苷为果肉提取物，主要由三萜皂苷类（I）、倍半萜糖苷类（II）、脂肪油和蛋白质组成活性物质。无患子皂苷是一种纯天然、对人体无害的非离子型表面活性剂，具有消毒杀菌、美容增白、去屑止痒、祛斑祛痘等医用价值［7］ 。临床上已用于滴虫性阴道炎的治疗［8］。

### 1.4 无患子皂苷发展前景

我国适宜无患子树木种植的地区非常广泛，且无患子树生存能力强、土壤养料含量要求不高，其根系非常发达，并能生长在贫瘠土质，是改善水土流失、防止土壤荒漠化、保持地表湿度的优良树种，不但可以起到绿化美化环境的作用，而且其果实还有很高的利用价值，创造经济效益。无患子果皮的皂苷含量是相当可观的，不同地区产出的无患子果含皂苷量有所不同，最高的可达20%左右，皂苷有很多用途，最初人们将它作为洗涤剂来使用，由于近代工业技术不断发展，化工生产合成的洗涤剂种类繁多、性能优良，且容易生产，因此无患子类天然洗涤剂逐渐被退出市场，被取而代之。但是，近代化工合成的洗涤剂都是由石油化工的产物与无机化合物反应合成制得，此类洗涤剂有很大的缺陷：不容易降解。且有一定的腐蚀性，容易造成不必要的污染。由于石油资源是不可再生资源，我国的石油储备不断开发，逐渐变少，以及人们对环保意识的不断增强，越来越多的科学研究者与各界人士都渴望天然可再生产品的开发生产，所以，无患子再一次进入了人们的视线。无患子作为天然可再生的洗涤剂，如今已经在市场上有很大的需求，人们家用洗涤剂，如洗面奶、化妆品、洗洁精等都是无患子产品。同时，无患子所含有的皂苷作为优良的表面活性剂，其需求量也是非常大的。在药物上，无患子从古至今都是一种中药，它具有清热、杀菌、消毒、祛痰等多样功能，利用现在先进的医学技术，将它的有效成分提取出来，将在医学方面有重要的作用，造福人类。当今石油资源日益枯竭但人们的需求量并没有减少，无患子种子的籽油中所含十余种不饱和脂肪酸更是良好的生物柴油的来源，这在生物燃油方面可作出巨大的贡献。无患子皂苷还具有杀虫的作用，可以将其配制成生物农药推广并使用，降低普通农药的使用，减少土壤污染，保护环境。无患子皂苷作为纯天然、完全降解的环保产品，完全符合我国倡导的生态文明建设跟绿色环保发展理念，并且，不管在医学方面还是在工业经济方面，无患子的用途都是很大。综上所述，无患子出现在人们的生活中具有非常高的价值，并在市场上具有非常良好的发展前景

### 1.5 无患子皂苷的提取

无患子皂苷提取有多种方法，本文简单介绍超声提法、微波提法、水提法和醇提法，主要对比水提法和醇提法。

##### 1.5.1 超声提法

由于天然植物皂素大部分都存在于植物细胞液中，因此，当溶剂溶解皂素时需要透过较厚的细胞壁，这便延长了溶解时间，降低了溶解效率，从而使整个提取过程的时间变得很长。而超声波提取与传统溶剂提取相比，时间上缩短很多, 无需特殊装置，操作简单、易于实现。使用超声波，能快速的破坏细胞壁，增加溶剂透过速度，减少皂苷溶解时间，提高了溶解效率。除此之外，超声波提取法还有高效节能的特点，所以超声波提取法在天然植物皂素和色素的提取方面应用十分广泛。

##### 1.5.2 微波提法

微波提取法是一种属于溶剂浸提法的辅助方法，作为一种新兴的萃取技术，微波萃取技术广泛应用与天然活性物质的分离提纯领域，与传统萃取方法相比，微波提取法具有节能、快速、污染小、设备简单、溶剂用量小、适用范围广、萃取效率高、重现性好等优点。将微波提取法应用在无患子皂苷提取中，不仅可以增加所提取成分的提取率，还能缩短提取时间，提取效率高，并节省能源。

##### 1.5.3 水提法

因为无患子皂苷易溶于水，所以还可以采用水提取法。首先用水浸泡，离心分离，所得滤渣再用水重复浸提。所得滤液经静置除去机械杂质后，浓缩至所需的浓度即为无患子皂苷，一般采用原料与料液比为1：4进行提取，提取温度设定为90℃。此方法工艺简单，成本低，安全性高、操作方便，并且残渣还可以进一步回收二次使用。但此方法获得产品皂苷含量低，色泽深，质量差，以致难以直接应用，通常作为有机溶剂萃取法的前处理步骤。

无患子皂苷水提法虽在产品纯度方面存在着一定的缺陷，但就其经济性来说十分突出。关键在于采取可行的方法来提离产品的纯度并改善其色泽，从而提高在应用行业中的适用性。于玲[11]在《无患子皂苷水浸提法新工艺的研究》一文中便提出了用沉降剂和脱色剂处理无患子水浸提液的新工艺，从而提高提出液的质量，增大其经济效益。

##### 1.5.4 醇提法

无患子皂苷易溶于有机醇类的溶剂中，所以无患子皂苷可以用甲醇、乙醇等醇类溶剂提取。由于水提法提取的皂苷溶液色泽深，含杂质多，质量较差，所以，一般采用不同浓度的有机醇溶剂（如乙醇）做溶剂对其进行提取，然后再进行溶剂回收。因无患子皂苷基本不溶于强亲脂性有机溶剂而留在水中，同时油脂、色素等脂类杂质萃取进入强亲脂性有机溶剂中，从而与皂苷分离，达到提纯目的，通常向水提取法获得的产品中加入强亲脂性有机溶剂石油醚、乙醚等溶剂进行萃取，然后再用亲水性强的正丁醇作溶剂进行萃取，得到无患子皂苷粗产品。

##### 1.5.5水提法与醇提法比较

研究发现，水、甲醇、乙醇在室温下分别作溶剂时，对无患子皂苷的提取率均可达50%以上,其中用甲醇、乙醇的提取率高于水的提取率[12]。用乙醇提取时提取率在72%～74%，而正丁醇的提取率仅为34.77%[13]。

醇提法提取速率快，所得的提取液中所含杂质较水提法中的少，提取率高于水提法，易于后续的分离纯化。水提取法虽然色泽深、杂质多，但工厂一般建立在靠近江河等水源充足的地方，且醇提法的成本高于水提法，所以采用水提法比较合适。本文采用水提取法设计。

### 1.6无患子皂苷提纯

提纯的方法有很多，本节介绍几种常用的方法：树脂吸附法、超滤膜过滤法、泡沫分离法和化学精制法。

##### 1.6.1大孔树脂吸附

大孔树脂又称作全多孔树脂，是一种聚合物吸附剂。它是一类以吸附为特点，对有机物具有浓缩作用和分离作用的[高分子聚合物](http://baike.baidu.com/view/591875.htm" \t "_blank)。它的吸附实质是依靠它和被吸附分子（吸附质）之间的范德华力，通过它巨大比表面产生物理吸附，使有机化合物达到分离、除杂、纯化和浓缩等不同目的。大孔树脂具有产品质量高、分离效率高、操作简单等优点。

##### 1.6.2超滤膜过滤

超滤膜是一种微孔过滤膜，其规定孔径为0.01微米以下，并且孔径规则一致。这些微孔只允许水分子及其他小分子物质通过，在膜的一侧施加一定的压力，就可以筛选出小于孔径的分子（如水分子），而溶液中大于微孔直径的大分子物质则被阻隔在原溶液中。魏凤玉等[14]通过实验考查了超滤膜提纯时超滤温度、超滤液ph、膜面流速、压力等方面对分离纯化效果的影响。实验表明：在温度25℃情况下，采用截留分子量为20 K - 50 K的超滤膜，膜面流速在2.78×10-5 m／s、压力在0.08 MPa以下，所得无患子皂苷的纯度可达到67．02％。而采用6 K超滤膜在相同条件下所得无患子皂苷的产品纯度可达到72．42％。 使用该方法的优点有：所得产品纯度高，使用方法较简单，生产周期短，溶剂用量小；但使用超滤膜提纯，相对于其他提纯方法来讲，投资费较昂贵。

##### 1.6.3泡沫分离

泡沫分离技术是近几十年新兴的一门分离技术，它利用待分离物质自身的表面活性或者能与表面活性剂产生结合并能吸附于气泡表面的性质，根据表面吸附原理，通过气泡的上升将待分离物质带出溶液主体。此技术已经正逐步被应用于洗涤、生化、医药、印刷等污水净化处理以及电镀废液的金属离子回收方面。国外在将此技术用于净化生活污水方面的研究已经应用在工业上，在回收贵重金属离子方面也做了大量研究。但在国内该技术还未成熟。无患子皂苷在一次发泡后，其本身的各项性能就有一定程度的降低。与其他方法相比，该技术实施设备较复杂，成本相对较高。

##### 1.6.4 化学精制

无患子皂苷的化学精制通常用两种方法：沉淀法、絮凝法。沉淀法是将选定的沉淀剂加入到浓缩后的高浓度无患子皂苷溶液中，达到降低皂苷在溶液中的溶解度，得到经过沉淀后的初级沉淀皂苷。再向其中加入沉淀转化剂，提纯获得纯度较高的皂苷。常用的沉淀剂有丙酮、乙醚，常用的沉淀转化剂有氧化钙、氧化钡。絮凝法又称作凝聚法，它的精制原理是向无患子皂苷溶液中加入一定比例的絮凝剂，在溶液中生成亲油性的絮状物，使微小杂质分子吸附于其上，然后用沉降或气浮的方法将其分离出去，得到比较纯净的皂苷溶液。

### 1.7提取设备的介绍

提取罐是医药化工中常见的浸出提取设备，特别适合用于植物产物所含成分的浸出提取，它的工作原理只是简单的煎煮过程，将原料泡于水中，利用蒸汽来加热，加热一定是时间后，便要将有效成分提取出来。固液提取设备主要有: 多功能提取罐、搅拌式提取罐、直筒式提取罐等。

##### 1.7.1多功能提取罐

多功能提取罐的使用是将原料从加料口加入到罐体内，提取液在罐的底部通过过滤板过滤后排出，从夹层通入蒸汽进行加入或者通入冷却水进行冷却。提取罐内部装有料叉，其功能是防止料渣在罐内膨胀结实后难以排出罐外。水提、醇提、水蒸汽蒸馏提取等都可以用此类提取罐进行提取操作；即可用于常压提取，有可用于正压提取。此外，多功能提取罐多采用不锈钢材料制成。

##### 1.7.2搅拌式提取罐

搅拌式提取罐，顾名思义，其罐体内部装有搅拌装置，在提取过程中，可以不断搅拌。搅拌式提取罐分两种：立式搅拌式提取罐、卧式搅拌式提取罐。搅拌装置可以使原料与溶剂充分混合，并且提高传热效果。将一定量的原料和溶剂同时加入提取罐内，边搅拌边提取。此提取罐结构比较简单，制作方便，缺点是提取效率较低，不适合贵重原料提取。

##### **1.7.3直筒式提取罐**

直筒式提取罐筒体修长，且上下大小基本一致。传统的直筒式提取罐直径比较大，因此它需要加热时间较长，传热效果也较差。在它底部的出料门没有外加热源，提取率相对较低。所以目前工业上通常采用内部料液循环、筒体直径较小、中心加热和夹套相结合，并有动态提取效果，改进后的加热时间缩短，并且提取率变高。这种提取罐结构简单，制造成本较低。

##### 1.7.4 提取罐选取

提取罐的设计原则：严格按照压力容器设计手册来进行计算、选材、制造以及各项性能检测。根据生产工艺下的生产温度、压力、速率等条件来设计提取罐的罐壁厚度、耐热能力、抗压能力等参数。并且要考虑降低并防止物料对提取罐罐体的化学腐蚀等问题，需要依据被提取物料的化学性质来进行提取罐制造材料的选取。设计本身需要符合设计手册的设计要求，并且要达到操作简单、设备易于制造、制造成本廉价等需求。根据以上所述，本设计决定选用搅拌式提取罐对无患子皂苷进行提取。

以下是三种提取罐的实物图：



搅拌式提取罐

 

直筒式提取罐 多功能提取罐

# 二、无患子皂苷生产工艺的确定

### 2.1提取工艺

通过第一章的介绍，我们可知无患子皂苷的提取及精制工艺方法有很多，此小节便通过实际情况，包括操作难易程度、设备的安全性能、设备的价格等方面进行全面的比较，从而选出较为合适的工艺方法。

前面所叙述到，目前无患子皂苷提取工艺有超声波提取法、微波提取法、水提法、醇提法。朱亚红[15][20]等人在常温条件下，分别使用水、甲醇、无水乙醇等溶剂对无患子皂苷进行提取，进行了不同溶剂对无患子皂苷提取率的影响的研究。研究表明：水提取法的提取率要微低于甲醇提取法和无水乙醇提取法，并且水提液中所含的杂质要比醇溶剂提取法更多。但是由于水提取法所用的溶剂是水，相比甲醇和无水乙醇，其安全性非常高，在经济方面，水资源的价格远远低于醇类溶剂的价格。因此，本设计将采用水提法作为提取工艺。

无患子皂苷的精制，目前常采用大孔树脂吸附、超滤膜过滤、泡沫分离、化学精制等工艺方法。超滤膜过滤法精制的产品纯度高，操作也简易，但是其价格较昂贵。泡沫分离法一次发泡过后产品的性能会有所降低，并且设备较复杂，价格昂贵。大孔树脂吸附分离纯化是一种高效的分离工艺方法，其分离后的产品质量较高。化学沉淀分离法分离速度快、效果明显，且价格相对廉价。因此本设计的分离纯化工艺将采用化学沉淀的絮凝与大孔树脂吸附及纳滤相结合的工艺，从而提高分离纯化的效率。

综上所述，本设计无患子皂苷的生产工艺采用水提取法，采用壳聚糖絮凝、过碳酸钠脱色、大孔树脂吸附分离纯化及正丁醇萃取等操作单元所构成，设计生产过程中热公用工程均采用蒸汽加热。

## 2.2原料无患子的前处理

每年的9到10月份，各地的无患子树上就已经挂满了无患子果，每当这个季节，市场上总会涌入大量的无患子鲜果。人们可以在各地的集市购买到无患子鲜果或者直接去种植户批发无患子鲜果。由于产量大，收货时间集中在1 - 2个月内，所以在无患子存储方面也是不容忽视的。首先，存储无患子前，需清洗、晒干，使其失水形成干果，容易存储；其次，无患子干果必须存放在干燥性好、通风性好的仓库中，并且还有定期检查，防止无患子干果变质。如果仓库各项性能好，无患子干果可以存储相当长的一段时间。对于无患子干果的入仓与出库，要做好相应的记录，确保后续生产加工过程中的用量情况、产物收率等数据有条有序。每次从仓库中取出无患子干果，在使用前必须先清洗掉其表面的灰尘，然后再用干燥箱在60℃温度下烘干，时间在两小时左右。然后将无患子干果使用剥壳机剥壳去籽。将无患子果肉放置浸泡罐浸泡，待其发胀后送至粉碎机粉碎；无患子种子中含有大量油脂，可以将其统一收集后出售给炼油厂加工生成生物柴油，做到高效利用资源。

## 2.3无患子皂苷生产过程中所用的溶媒

##### 2.3.1 水

无患子水提取法中所用的溶媒剂是水。树脂塔中洗涤脱糖使用的是去离子水，洗脱后去离子水中含有一定量的多种糖类成分，这些含糖的去离子水进入废水处理系统可以给废水处理系统中的活性污泥提供碳源。

##### 2.3.2 正丁醇

正丁醇微溶于水，它的作用是把树脂塔中的无患子皂苷洗脱下来，经过洗脱后正丁醇中含有无患子皂苷，由于正丁醇与无患子皂苷的沸点相差大，此时采用减压蒸馏的方式不仅可以将正丁醇蒸出，同时也将无患子皂苷进行浓缩处理。将无患子皂苷的正丁醇溶液减压蒸馏后得到的正丁醇溶液中会含有微量的水分，需要将正丁醇精制得到无水正丁醇才能够再次当洗脱剂使用。正丁醇的精制可以采用减压蒸馏的方法将其中的水分除去而得到无水正丁醇。2.4生产过程主要2.4操作和控制条件

1. 洗涤： 在常温条件下，用清水将无患子干果清洗干净，主要目的取出其表面灰尘、泥土等污垢。
2. 干燥： 将洗干净的无患子干果放置烘干箱，在60℃温度下将其烘烤约两个小时左右。
3. 去壳去籽： 将干燥后的无患子干果放置天然植物去核机取出无患子的果壳与籽，无患子的籽可以回收送至炼油厂，炼制生物柴油。
4. 浸泡： 将无患子果皮在室温下浸泡两个小时左右
5. 粉碎： 将无患子果皮放置粉碎机中粉碎。
6. 提取： 将无患子粉末与水按1:4的料液比加入到提取罐中，采用温度为100℃、压力为0.1013MPa的水蒸汽通入提取罐夹套中进行加热，通过调控蒸汽流量控制提取罐内温度为90℃，提取三次，每次2小时，合并三次提取液。
7. 絮凝沉淀： 将饱和氯化钙溶液与1%冰醋酸-2%壳聚糖溶液1:1配制成絮凝剂，絮凝剂的加入量按0.625g/l来计算，在絮凝罐中将絮凝剂加入到提取液后，将其搅拌15min，使絮凝剂均匀分散在提取液中，絮凝操作结束，将提取液输送至沉淀罐进行沉淀。
8. 脱色：使用脱色原料为过碳酸钠。将减压浓缩过的提取液pH调节为10左右，在70℃的温度下，按0.02g/mL的量向该溶液中加入过碳酸钠固体，搅拌90min。
9. 离心：离心采用的是卸料式离心机，在3500r/min的转速下，将沉淀物从提取液中分离出来。
10. 大孔树脂吸附：采用AB-8型树脂塔，该树脂塔的高径比为5:4:1。将提取液pH调至4.5，以1mL/min的流速通入树脂塔。先用去离子水对树脂塔进行洗涤脱糖，洗涤至洗脱液中糖度为0~0.5之间，然后用无水正丁醇以1mL/min的流速通入对树脂塔中，对无患子皂苷进行洗脱操作。
11. 减压浓缩： 在-0.045MPa的真空压力条件下，将正丁醇洗脱液减压蒸馏至不含醇为止。
12. 喷雾干燥：将雾化稀物料与热空气接触，得到干燥产品。
13. 造粒：使用造粒机，将已干燥的无患子皂苷 粉末造粒成直径为50目的颗粒。

### 2.5工艺流程图



## 无患子皂苷生产工艺计算

### 3.1物料衡算

##### 3.1.1无患子果周期生产量计算

1. 年生产量：100吨无患子皂苷；
2. 换班周期：两班倒连续工作，一天24小时机器不停。一年运行时间按300天计算；
3. 单位时间（小时）皂苷生产量：
4. 每一周期无患子用量：依据之前所述工艺条件，每个生产周期为12个小时，即每一周期的皂苷生产量：。综述中提到过，无患子果皮质量占全果实质量的55.6%，无患子果皮中皂苷含量约为24%，采用水提取工艺提取皂苷的提取率约为50%；则每周期无患子果皮用量为：；
5. 每天无患子果皮的用量： ；
6. 每天无患子果的用量： ；
7. 无患子果年使用量：。
8. 年无患子皂苷的产量：。

表3-1-1无患子皂苷提取原料与产物数据汇总表

|  |  |
| --- | --- |
| 项目 | 数量 |
| 年生产日/天 | 300 |
| 每工作日时间/h | 24 |
| 每天工作周期/个 | 2 |
| 每工作周期时间/h | 12 |
| 每周期无患子果皮用量/t | 1.4 |
| 每周期皂苷产量/t | 0.168 |
| 每天所需无患子果皮/t | 2.8 |
| 每年所需无患子果/t | 1510.8 |
| 年无患子皂苷产量/t | 100.8 |

##### 3.1.2提取剂水的使用量计算

根据上一章中水提法工艺介绍可知，无患子果皮与提取剂水的比例为：1:4最为合适，本设计将以此比例进行设计。

1. 单次提取用水量：；
2. 每周期用水量：；
3. 每天用水量： ；
4. 年用水量：。

表3-1-2提取用水数据汇总表

|  |  |
| --- | --- |
| 项目 | 数量 |
| 单次提取用水量/t | 5.6 |
| 每周期用水量/t | 16.8 |
| 每天用水量/t | 33.6 |
| 年用水量/t | 10080 |

##### 3.1.3提取液量的计算

提取液即为三次提取后得到的提取液总和。综述中讲到，无患子皂苷 在无患子果皮中含量约24%，水提取法进行提取的提取率约为50%。那么，提取剂水的损失按7%来计算，每周期提取液量ω为：



因为提取液中水的含量占比重很大，所以，提取液的密度可以直接按水的密度，所以每周期提取液体积V：

## 3.2热量衡算

##### 3.2.1提取工段热量衡算

提取工段提取无患子皂苷所使用的提取剂水是经过化学精制除去泥沙等不溶性杂质的自来水或者井水。根据本设计前一章所设计的提取工艺，提取段所用提取罐采用夹套间接水蒸汽加热，因为此工艺只涉及物理变化，所以在这里只谈热量的计算。

##### 3.2.2相关物性参数

一、 无患子果

本设计采用无患子果皮的年平均温度为25℃计算，提取时需将无患子果皮在提取罐中加热到90℃，可得温差为，平均温度为；实验测定无患子果皮的密度为788.08(kg/m3)，其定压比热容为1.26(kJ·kg-1·k-1)（用蔗糖的替代）。

二、 提取剂水

本设计采用提取剂水年平均为度为25℃计算，提取时需在提取罐中加热到90℃，可得温差为，平均温度为；查表可得25℃下，水的密度为996.7（kg/m3），水的定压比热容为4.210[KJ/（kg·k)]。

1. 水蒸汽

提取罐采用水蒸汽间接加热，温度为100℃，压强为101.3kPa，此时的水蒸汽密度为0.58979(kg/m3)，定压比热容为4.219[KJ/(kg·k)]以及汽化潜热为2258.4(kJ/kg)，我们假设水蒸汽100%的相变成100℃的水。假设提取罐夹套出水孔排出的水温为95℃，所以加热液态水温差，平均温度为，经查表可得97.5℃下，水的密度为960.1kg/m3，定压比热容为4.210[KJ/(kg·k)]

表3-2-1相关物性参数表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 相关物质 | 密度(kg/m3) | 定压比热容  [KJ/（kg·k）] | 汽化潜(KJ/kg) | 压强(kPa) |
| 无患子果皮 | 788.48 | 1.26 | — | 101.3 |
| 提取剂水 | 996.7 | 4.210 | — | 101.3 |
| 100℃水蒸气 | 0.58979 | 4.219 | 2258.4 | 101.3 |
| 97.5℃水 | 960.1 | 4.210 | — | 101.3 |

##### 3.2.3热量计算及水蒸气用量计算

由3.1节物料衡算可知，每次无患子果皮使用量为1.4t，提取剂水的用量为5.6t，根据上一节，取无患子果皮和提取剂水的年平均温度为25℃，在提取罐加热至90℃，可计算此过程所吸收的热量Q吸。

，

已知 m1=1.4t,m2=5.6t,Cp1=1.26KJ/(kg·k)，Cp2=4.210KJ/(kg·k)

代入可得：



根据上一节，我们可知提取罐采用夹套间接加热，加热剂为101.3kPa、100℃下的水蒸气，并且我们假设水蒸汽完全液化为水，且温度不变。排出水温为95℃；

的量为m3，根据热量衡算知Q吸=Q放。



已知 Q吸=1647100（KJ）、r=2258.4（KJ/kg）、Cp3=4.210[KJ/(kg·k)]



则水蒸气的质量流量为。

# 四、主要设备的设计

## 4.1主要设备的简略信息

本设计的核心设备为提取罐。提取罐的选择需要根据生产工艺条件及所投物料性质等诸多方面。本设计是对无患子皂苷的提取，此工艺是通过提取剂将皂苷从无患子果皮中溶解出来，提取罐中存在固液两相，由此可知此提取罐需要一进料口和一出料口。出料口盖使用两个型号相同的气缸进行控制。因为提取时需将无患子皂苷加热到所需温度，所以提取罐选材需选择传热性能好的材料。无患子果皮具有一定发泡性，在提取过程中会发泡膨胀，以及为了防止局部过热导致沸腾喷灌的现象，因此提取罐需要预留一定的空间。

## 4.2提取罐工艺尺寸的计算

##### 4.2.1提取罐装料量计算

由上一章物料衡算可知，每周期向提取罐中加入的无患子果皮为1.4t，提取剂水的量为5.6t，无患子果皮密度为788.08kg/m3，提取剂水密度为996.7（kg/m3）。提取罐中加入物料总体积约为两物料体积和。则VN为：

；

；

。

##### 4.2.2提取罐高径比及装料系数的确定

设计提取罐，首先要确定高径比，高径比的确定需考虑物料性质、传热效果、是否带有搅拌装置、搅拌功率。通过查阅文献《化工容器及设备》[16]以及考虑提取罐的提取工艺与传热性能，本设计将采用提取罐的高径比为1.2；在提取无患子皂苷时的膨胀问题上，本设计将装料系数确定为0.7。

##### 4.2.3提取罐公称容积

提取罐公称容积VN、提取罐容积V及装料系数η有如下的关系式



由前面可知：提取罐公称容积VN为7.395m3、装料系数η为0.7。可得： 

提取罐中物料的加入量不能超过筒体下部的体积，筒体下部分体积相对物料体积要有一定的富余量，该部分体积约为物料体积的1.1倍；依据前面已知量Vn，可得：筒体下部分体积，筒体上部分体积。

##### 4.2.4提取罐筒体直径计算

由前面的计算可知，提取罐的装料比、公称体积、高径比。此时，还不能确定封头的溶剂，所以，这一节先计算筒体直径：





注：D为提取罐筒体直径；

VN为提取罐装料量；

η为提取罐装料系数。

根据计算筒体直径圆整为2.2（m）。

提取罐筒体与封头将采用普通低合金钢16MnR卷制焊接制作，，查阅文献资料[17]可知这种钢材在100℃工作温度下的许用应力为；提取罐采用双面焊接，局部无损检测，所以，焊接系数。提取罐的设计压力为1.5MPa，实际工作压力为0.101MPa。根据筒体压力容器厚度计算公式，计算出筒体厚度t：



Pc：设计压力，MPa；

D：封头内径，mm；

：设计温度下材料的许用应力，MPa；

：焊接接头系数。

提取罐设计时筒体的设计厚度δd=δ+C1+C2（C1：钢板负偏差，C2：腐蚀裕量）。

查文献资料[17]可知低合金钢的厚度在8.0~25mm之间，其负偏差为0.8mm；取水对低合金钢的腐蚀速率λ=0.05mm/a，按提取罐设计寿命15年计算，则腐蚀裕量为：C2=15×0.05×2=1.5mm。

所以提取罐筒体的设计厚度为：δd=11.48+0.8+1.5=13.78mm，圆整到厚度为15mm标准15MnR钢板，所以提取罐筒体有效厚度为15mm。

此设计温度下提取罐最大工作压力是：



注：δe为提取罐筒体有效厚度

前面所述的提取罐的工作压力pw=0.101（MPa）<[pw]，所以满足要求。

##### 4.2.5提取罐筒体高度

筒体高度根据下列公式计算：



注：为提取罐设计容积；

为椭圆封头容积；

为提取罐筒体直径；

为提取罐装料容积；

根据GBT25198-2010《压力容器封头》标准，当椭圆封头公称直径为2200mm时容积为1.5839m2。此时封头高度为600mm，其中直边高度为50mm。

提取罐总体高度等于筒体高度与封头高度之和，即：

H=2191+600=2791（mm）

得高径比：H/D=2791/2200=1.261，与前面设计开始时选取的高径比1.2相近，所以符合要求。

##### 4.2.6传热面积

计算传热面积实质上就是计算提取罐夹套的面积。提取罐传热过程分为两个：提取罐内物料经过加热升温过程、罐内物料升温结束后的保温过程。

由前面可知，热流体进口温度t1=100℃，出口温度t2=95℃，平均温度为370.65k；冷流体进料温度T1=25℃，T2=90℃，平均温度为330.65k。冷热流体平均温差。

热流量。

传热面积，其中K为总传热系数，为冷热流体的平均温差。

计算总传热系数以提取罐的外表面积为基准面，K的计算式如下：



注：为提取罐内表面给热系数，，式中是提取罐中物料的导热系数，是搅拌器转速，是搅拌器直径，是提取罐中物料的密度，是提取罐中物料的粘度，是壁温值下壁面上的粘度，是物料的比定压热容，提取剂水被加热，，可取1.06计算，；由于提取罐中物料的成分是无患子果皮和溶剂水两种，其质量比为1:4，水占比重大，因此物性参数均按提取剂水计算。提取罐中是无患子果皮的水溶液，且生产过程中每个周期都会清洗，而供热采用夹套中水蒸气供热，所以提取罐外壁热阻为0。由此来看污垢热阻可以忽略不计；

为提取罐外表面热阻；

为提取罐的壁厚；

为提取罐壁的导热系数；

为提取罐筒体外径；

为提取罐筒体平均直径；

为提取罐筒体内径；

为提取罐内表面热阻；

为提取罐外表面给热系数，因为夹套中是水蒸汽，罐侧的传热膜系数一般很小，工程上一般取，提取罐外表面给热系数可以设为。

提取罐内径di=2200mm，壁厚为15mm，由此得do=2215mm，dm=2207.5mm；查资料[17]得提取罐制造材料15MnR合金钢的导热系数。

代入总传热系数公式得：



所以，传热面积

##### 4.2.7传热面积核算

此步是依据提取罐高度和直径进行核算，本设计只要求在筒体上设置夹套供热，进料口、搅拌装置等设备在封头设置安装，因此在封头上不设置夹套供热。由前面可知，筒体直径d=2.200m，筒体高度h=2.1；

得：

可知A<A设计，所以此设计符合所需传热面积要求。

##### 4.2.8提取罐封头设计

由前面章节可知，椭圆形封头高度为h1=600mm，直边高度h=50mm，容积为1.5839m3。

椭圆形封头厚度计算，公式如下：



注：

Pc：计算压力，MPa；

D：封头内径，mm；

：设计温度下材料的许用应力，MPa；

：焊接接头系数，此处取0.85。

代入数据可得：

将椭圆形封头厚度圆整为与筒体厚度一致15mm。

##### 4.2.9夹套设计

夹套供热是在筒体外壁采用法兰连接或者焊接连接的方式从而形成一个与筒体密闭的夹层空间，夹套采用钢制结构，向夹套内通入冷流体冷却或热流体加热以此达到间接传热的效果。

夹套的直径DJ按筒体内径的大小进行选取，选取范围如表4-1所示。

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| DN/mm | 500~600 | 700~1800 | 2000~3000 |
| DJ/mm | DN+50 | DN+100 | DN+200 |

表4-1

提取罐内径为2200mm，根据表4-1选取夹套直径为2400。

夹套高度依据换热面积计算，

得：。

为了使传热效果更好，设计夹套高度时，通常高于提取罐中物料的高度，因此夹套高度应该是2.78m，采用焊接的方法与筒体连接。