

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。100%降解，温和无刺激，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