

# 天然药物层析用大孔树脂再生处理研究

卢群松

云南汉盟制药有限公司 云南 昆明 650100

**摘要:** 大孔树脂是天然药物吸附分离纯化最重要的工艺控制步骤<sup>[1]</sup>, 但使用一定周期后, 柱上方沉积有悬浮不溶物, 或柱床挤压过紧, 或树脂颗粒破碎, 吸附能力降低, 需要强化再生<sup>[2]</sup>。工业化生产大孔树脂处理主要采用人工处理, 处理周期较长, 且处理方式过于随意, 定期处理有机溶剂废水处理不合理, 给污水处理带来了较大压力。本文通过对天然药物工业化生产用的大孔树脂处理方式进行了深入研究, 明确了处理方式并总结出了处理判定依据、处理溶剂回收标准等, 规范了大生产中树脂处理操作, 提高了树脂处理效率, 降低了树脂处理带来的负面影响。

**关键词:** 大孔树脂; 预处理; 日常再生处理; 定期再生处理

大孔树脂的再生处理直接影响树脂的吸附分离效果, 对天然药物产品质量起到至关重要的作用, 故新树脂第一次使用必须进行活化预处理, 生产过程中应定期观察树脂柱的吸附效果, 视实际情况进行树脂的日常或定期处理。目前天然药物生产一般5-10批就进行一次日常处理, 20-30批次需进行一次彻底的定期处理。

树脂的再生处理主要分为: 预处理、日常处理、定期再生处理三种。预处理是针对新树脂而进行的活化处理, 将树脂内孔残存的情性溶剂去除, 主要用有机溶剂进行回流煎煮处理; 日常处理主要用于树脂生产少量批次出现吸附能力下降的情况时, 用酸碱进行浸泡处理; 定期处理是当树脂柱出现吸附能力大幅下降同时出现堵柱, 无法下柱吸附的情况时将柱内树脂掏出漂洗, 后用有机溶剂进行加热回流煎煮处理。

## 一、大孔树脂的预处理

### 1. 预处理溶剂的选择<sup>[3]</sup>

大孔树脂日常处理溶剂有甲醇、乙醇、丙酮、异丙醇, 但安全性处理效果上综合评估, 最常用的处理溶剂为90%以上的乙醇。

### 2. 处理流程

(1) 将新树脂加入漂洗罐中, 加饮用水漂洗, 除去已破损的树脂后排空水。

(2) 将漂洗过的树脂放入回流罐中, 加入1~1.2倍量乙醇(90%以上)加热回流3~4小时, 将乙醇放入废液收集桶。

(3) 再抽入乙醇照1.2.2重新回流一次。

(4) 用饮用水冲洗10~20分钟, 排干饮用水后取出树脂装入新大孔树脂柱专用桶内用50%的低度乙醇浸泡待用。

### 3. 预处理有机溶剂的回收<sup>[4]</sup>

(1) 将收集的处理溶剂泵入高效蒸馏塔进行蒸馏。

(2) 蒸馏的标准为: 溶液自然光下澄清透亮, 无固体杂质, 浓度>90%。

(3) 蒸馏最后的固体废物统一收集按照环保要求作固废处理。

(4) 检测蒸馏废水的溶剂残留量, 浓度检测为0度才能排入污水处理站。

## 二、大孔树脂的日常处理

### 1. 处理判定依据

(1) 大孔树脂出现吸附能力下降, 吸附速度降低, 同时观察大孔树脂柱顶部0.5米深度大孔树脂颜色及杂质情况, 树脂已被植物色素、鞣质包裹, 影响料液流入。

(2) 大孔树脂柱已生产5个批次以上。

### 2 处理溶剂选择

采用5%的盐酸及5%的氢氧化钠进行泡洗。

### 3. 日常处理程序<sup>[5]</sup>

(1) 配制树脂2倍体积量的5%盐酸溶液。

(2) 将树脂2倍体积量的5%盐酸溶液从树脂柱底部反压入树脂柱, 浸泡2小时。

(3) 用饮用水冲洗树脂柱至中性(PH: 6-7)。

(4) 配制树脂2倍体积量的5%氢氧化钠溶液。

(5) 将树脂2倍体积量的5%氢氧化钠溶液从树脂柱底部反压入树脂柱浸泡2小时。

(6) 用饮用水冲洗树脂柱至中性(PH: 7-8)后, 备用。

### 4. 日常处理注意事项<sup>[6]</sup>

(1) 日常处理仅适用于与树脂吸附能力刚开始下降的情况, 当吸附能力下降至30%以上时需要定期进行定期处理。

(2) 日常处理中必须将酸碱冲洗至中性, 否则会造成产品的灼灼残渣超标, 导致产品不合格。

## 大孔树脂的定期处理

### 定期处理判定依据

大孔树脂柱出现堵柱, 树脂吸附能力大幅下降, 出现漏料等情况。

大孔树脂柱以生产20个批次以上。

### (3) 溶剂的选择

选择90%乙醇作为处理溶剂。

### 5. 定期处理程序

(1) 用饮用水冲洗至澄清无色后排干水, 将大孔树脂从树脂柱中取出。

(2) 将树脂漂洗后加入回流罐中, 用饮用水冲洗树脂 10 ~ 20 分钟。

(3) 排干水后, 加入树脂 1 ~ 1.2 倍量的乙醇 (90% 以上) 加热回流约 2 小时。

(4) 停止加热, 将乙醇清洗液放入废液收集桶。

(5) 加入树脂 1 ~ 1.2 倍量的 (90% 以上) 乙醇加热回流约 2 小时。

(6) 停止加热, 将乙醇清洗液放入废液收集桶后用饮用水冲洗树脂至无乙醇。

(7) 将树脂装入大孔树脂柱专用桶内用约 50% 乙醇溶液浸泡待用。

### 6. 定期处理有机溶剂的回收

(1) 将收集的处理溶剂泵入高效蒸馏塔进行蒸馏。

(2) 蒸馏的标准为: 溶液自然光下澄清透亮, 无固体杂质, 浓度 >90%。

(3) 蒸馏最后的固体废物统一收集按照环保要求作固废处理。

(4) 检测蒸馏废水的溶剂残留量, 浓度检测必需为 0 度。

(5) 有机溶剂回收冷凝

有机溶剂经加热蒸发后热蒸汽需用 30-40 循环水及 7-12 冷冻水两级冷凝, 避免有机溶剂未冷凝进入真空系统导致真空系统超负荷, 影响生产效率, 同时造成有机溶剂损耗, 有机溶剂蒸发冷凝平衡计算详见下表:

指标	3000 型
每小时蒸发量 kg/h	3000
一效蒸发量 kg/h	1710
二效蒸发量 kg/h	1290
一效蒸发温度	75.00
二效蒸发温度	55.00
一效蒸发汽化潜热 kcal/kg	550
二效蒸发汽化潜热 kcal/kg	569
浓缩前提取液 (含固量) %	4
浓缩后成品膏 (含固量) %	30
干膏量 kg/h	138.46
每小时处理提取液量 kg/h	3461.54
每小时成品膏量 kg/h	461.54
提取液温度	80.00
一效汽化蒸发热能 Q2 (kcal)	972990
提取液释放热能 Q3(kcal)	17307.69

提取液总热量 $Q_g=Q_2-Q_3$ (kcal)	955682.31
蒸汽压力 MPa	0.09
蒸汽潜热 kcal/kg	529
提取液浓缩蒸汽耗量 kg/h	1806.58
一效加热面积 $m^2$	21.24
二效加热面积 $m^2$	36.70
冷凝器面积 $m^2$	73.92
二次蒸汽温度	55
二次蒸汽冷凝水温度	50
循环水入	32
循环水出	40
对数温差	16.45
冷却水循环量 $m^3/h$	103.38
冷却水管径 mm	135
排醇温度	25
冷却器面积 $m^2$	3.50
循环水入	7
循环水出	12
对数温差	26.77
冷却器水循环量 $m^3/h$	15
冷却循环水进出口直径 mm	51

C: 水的比热 V: 75 蒸发所需的潜热 A: 传热面积  
U: 传热系数

$$Q=Q_1+Q_2 \text{ 或 } Q=Q_2-Q_1$$

提取液释放的热能:  $Q_3=3461.54 \times (80-75) =17307.69$   
kcal/h

汽化需要的热能:  $Q_2=W_2 \times V=1710 \times 550=972990$  kcal/h

一效蒸发总热能:  $Q=Q_2-Q_3=955682.31$  kcal/h

蒸汽压力 MPa 0.09

蒸汽潜热 kcal/kg 529

蒸汽耗量 kg/h:  $955682.31/529=1806.58$

### 三、大孔树脂柱处理废水的排放

1. 预处理及定期处理废水: 冲洗树脂的废水必须将有机溶剂的浓度控制在污水站处理的范围内, 才能排放, 否则会造成污水处理系统瘫痪。

2. 日常处理废水排放: 排放管道必须能耐酸碱腐蚀, 处理过程中及时进行 PH 的检测避免过度的冲洗, 造成水的浪费。

### 3. 本文总结制定大孔树脂处理特点及优势分析

序号	大孔树脂处理特点	优势分析
1	明确处理分类	1. 将树脂处理分类为预处理、日常处理、定期处理 规范树脂处理。 2. 树脂按照规定处理类型进行处理，提高了树脂的使用效率。
2	定期处理溶剂为90%以上乙醇	保证了树脂处理的有效性，同时提高树脂处理的操作安全性。
3	日常处理选用5%盐酸及氢氧化钠溶液浸泡2小时	1. 利用强酸、强碱溶液对大孔树脂吸附的杂质成分的解析作用，实现了树脂的在线再生处理，提高了树脂处理的效率，提高了生产效率。 2. 浸泡2小时保证酸碱溶液与树脂充分接触保证了处理的效果
4	树脂处理溶剂回收使用	1. 制定了回收溶剂的回收程序和标准，提高了树脂处理溶剂的利用率。 2. 有效控制了树脂处理废水的溶剂含量，降低了污水处理成本和压力。

### 四、结论

大孔吸附树脂吸附分离技术是采用大孔吸附树脂，通过物理吸附从药液组分中有选择性地吸附其中的有效部分，去除无效部分的一种提取纯化的新工艺，可以达到分离、富集植物药中有效部位或有效成分的目的。目前，该技术在天然药物生产中广泛运用，而树脂的再生处理环节相对薄弱，本文结合天然药物生产的实际生产情况，系统阐述了大孔树脂柱的再生处理方法及处理过程中的注意事项，对天然药物工业化大生产中大孔树脂的再生处理有重要指导意义。

#### 参考文献：

- [1] 大孔吸附树脂研究进展. 王跃生、王洋. 中国中药杂志 2006年6月第31卷第12期 961-965;
- [2] 中药有效部位分离纯化新技术. 2011年度初级专业医药技术人员. 远程教育
- [3] CT-101大孔吸附树脂再生工艺的研究. 刘海艳、马玉龙、孔祥明、马吉银、王和. 食品工业科技 2013年第18期 262-265;
- [4] 溶剂回收工艺中浓缩及精馏设备的改进. 赵春梅、向东. 石油化工应用. 2011年1月第30卷第1期;
- [5] 离子交换树脂再生时酸碱耗高德原因分析及对策. 詹约章、余建飞. 工业水处理. 2010年5月第30卷第5期 81-83;
- [6] 离子交换树脂处理工艺探讨. 刘晓兰、舒婧. 辽宁中医药大学学报. 2007年1月第9卷第1期 147-148;