



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101857603 B

(45) 授权公告日 2012.06.13

(21) 申请号 201010164897.3

(22) 申请日 2010.05.07

(73) 专利权人 中国科学院地球化学研究所  
地址 550002 贵州省贵阳市观水路 46 号

(72) 发明人 杨军 余德顺 罗喜荣 田弋夫  
莫彬彬

(74) 专利代理机构 重庆弘旭专利代理有限责任  
公司 50209

代理人 周韶红

(51) Int. Cl.

*C07D 519/00* (2006.01)

*A01P 7/00* (2006.01)

审查员 付伟

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

印楝素的罐组式逆流提取方法

(57) 摘要

本发明提供一种印楝素的罐组式逆流提取方法,其特征在于将粗碎的印楝种子置于罐组式逆流提取装置中,常温或适当加温,泵入溶剂动态逆流提取,浓缩提取液得含 10%~20%印楝素的固态提取物,用作配制印楝素类杀虫剂。该方法具有工艺流程简短、提取速度快、印楝素产率高、节能节溶剂,生产成本低,易于实现工业化生产等优点。

1. 一种印楝素的罐组式逆流提取方法,其步骤包括:

A、将印楝种子破碎成 1 ~ 4mm 颗粒;

B、取印楝种子粉置于罐组式逆流提取装置中,提取温度 10 ~ 60°C,以数罐为一组,所述的罐组为每组 1 ~ 9 个提取罐串联或并联或串并联合用,泵入 1 : 1 ~ 5W/V 的溶剂,动态逆流提取 20 ~ 50min/罐;所述溶剂为水、甲醇、乙醇、异丙醇、丙酮、丁酮、乙酸乙酯、乙酯甲酯、二氯甲烷、三氯甲烷、甲基叔丁基醚、乙腈或其混合物,混合物配比为任意配比;C、收集提取液于 45°C 减压浓缩,回收溶剂得含印楝素的固态提取物。

## 印楝素的罐组式逆流提取方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种从植物中提取杀虫剂的方法,具体涉及一种从印楝种子中罐组式逆流提取印楝素的方法。

### 背景技术

[0002] 印楝素类杀虫剂具有广谱、高效、低毒、无残留、对人畜无毒副作用、对害虫天敌安全及不易产生抗药性等特点,是目前国内外研究和应用最为广泛的生物农药之一,已被国务院绿色食品办公室列为绿色食品生产重点推介的无公害农药。

[0003] 从印楝种子中提取印楝素,是印楝素类杀虫剂生产的首要环节和重要操作单元。印楝种子中印楝素含量很低(一般为 0.3%~0.4%,高的可达 0.6%),印楝素提取较为困难,其提取工艺技术的优劣直接影响到企业的经济效益。印楝种子中含有 20%~30% 油脂,直接机械粉碎难以细碎,影响印楝素的浸出,其原料预处理方式目前大多采用去壳、压榨脱脂(如中国专利 CN1158928C、CN1184222C、CN1362020A、CN1423938A、CN1423939A、CN1524858A、CN101440099A),但印楝素的热稳定性差,大于 35℃时印楝素的降解速率明显增大,65℃时印楝素的降解速率最大,因此在压榨脱脂过程由于高温即有 40%左右印楝素被降解,导致印楝素产率下降;亦有采用溶剂或超临界 CO<sub>2</sub> 脱脂(如中国专利 CN1049091C、CN1199980C、CN101029276A、CN1116394C),虽可减少印楝素的损失,但增加了加工时间及成本。中国专利 CN100448871C 印楝种子只需去壳,不经脱脂即用高速刀片切削搅拌粉碎提取,使物料及溶剂具有较好的流动性,印楝素产率较高,但印楝种仁需用 3~5 倍极性有机溶剂预浸 6~12 小时,提取时间为 3~5 小时/次,再重复 2~5 次,完成一个提取周期至少需 15 小时,最少需 9 倍溶剂提取,且高速搅拌粉碎易过热,提取温度难控,需采用夹套或盘管冷却以减少印楝素降解,使能耗增加。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的在于克服现有印楝素提取工艺技术中存在的缺点,提供一种印楝素的罐组式逆流提取方法,以简化工艺流程、缩短提取周期、提高印楝素产率、降低能耗、节省溶剂、利于工业化生产。

[0005] 本发明的技术方案是:印楝素的罐组式逆流提取方法,其步骤如下:

[0006] A、将印楝种子破碎成 1~4mm 颗粒;

[0007] B、取印楝种子粉置于罐组式逆流提取装置中,提取温度为 10~60℃,以数罐为一组,泵入 1:1~5W/V 的溶剂,动态逆流提取 20~50min/罐;

[0008] C、收集提取液于 45℃减压浓缩,回收溶剂得含印楝素的固态提取物。

[0009] 所述的罐组为每组 1~9 个提取罐串联或并联或串并联用。

[0010] 上述提取溶剂为水、醇、酮、酯、取代烃、醚、腈中的一种或它们的混合物,混合物的配比为任意配比,如水、甲醇、乙醇、异丙醇、丙酮、丁酮、乙酸乙酯、乙酸甲酯、二氯甲烷、三氯甲烷、甲基叔丁基醚、乙腈等或其混合物。

[0011] 本发明与现有工艺技术比较具有下列优点和效果：

[0012] 1. 无需进行种子去壳、脱脂，种子粗碎即可，简化了原料预处理，省工省力，避免了种子去壳脱脂步骤印楝素的损失；

[0013] 2. 采用罐组式动态逆流提取替代单罐式多次提取，将多个提取单元科学组合，单元之间形成浓度梯度，增大传质动力，提高了印楝素浸出效率，每罐提取时间在 50min 以内，大大缩短了提取周期；

[0014] 3. 可常温或适当加温（ $< 35^{\circ}\text{C}$ ）提取，减少印楝素降解，使印楝素提取充分，提高印楝素产率 8.88%~26.97%；

[0015] 4. 溶剂反复利用，溶剂用量少（1 : 2 ~ 3.33W/V），后续浓缩能耗低；

[0016] 5. 罐组式逆流提取设备参数易控，操作便捷、安全，处理量大，易于工业化生产。

[0017] 本发明所述印楝素的罐组式逆流提取方法可明显提高印楝素产率，减少工艺设备的投入，缩短提取周期，节能节溶剂，生产成本低，易于实现工业化生产，经济效益及社会效益好。

### 具体实施方式

[0018] 下面结合具体实施例进一步阐述本发明，但本发明的保护范围并不仅限于此。

[0019] 实施例 1

[0020] 以单罐为一组，取印楝种子粉 1500g 置于提取罐中，设提取温度为  $32^{\circ}\text{C}$ ，泵入 5 倍甲醇动态逆流循环提取 49min，溶剂用量为 1 : 5W/V，收集提取液于  $45^{\circ}\text{C}$  减压浓缩，回收甲醇得含 10.89% 印楝素的黄绿色固态提取物（高效液相色谱法测定），印楝素产率为 0.304%。

[0021] 实施例 2

[0022] 以 3 罐为一组，每罐装入印楝种子粉 1500g，设提取温度为  $32^{\circ}\text{C}$ ，第一罐用 5 倍甲醇动态逆流循环提取 39min，第二罐以前一单元提取液补充 3 倍甲醇动态逆流循环提取 39min，第三罐以前一单元提取液补充 2 倍甲醇动态逆流循环提取 39min，溶剂用量为 1 : 3.33W/V，收集提取液于  $45^{\circ}\text{C}$  减压浓缩，回收甲醇得含 10.46% 印楝素的黄绿色固态提取物（高效液相色谱法测定），印楝素产率为 0.331%。

[0023] 实施例 3

[0024] 以 4 罐为一组，每罐装入印楝种子粉 1500g，设提取温度为  $32^{\circ}\text{C}$ ，第一罐用 5 倍甲醇动态逆流循环提取 34min，第二罐以前一单元提取液补充 2.5 倍甲醇动态逆流循环提取 34min，第三罐以前一单元提取液补充 1.5 倍甲醇动态逆流循环提取 34min，第四罐以前一单元提取液补充 1 倍甲醇动态逆流循环提取 34min，溶剂用量为 1 : 2.5W/V，收集提取液于  $45^{\circ}\text{C}$  减压浓缩，回收甲醇得含 10.62% 印楝素的黄绿色固态提取物（高效液相色谱法测定），印楝素产率为 0.386%。

[0025] 实施例 4

[0026] 以 4 罐为一组，每罐装入印楝种子粉 1500g，设提取温度为  $32^{\circ}\text{C}$ ，第一罐用 5 倍乙醇动态逆流循环提取 34min，第二罐以前一单元提取液补充 2.5 倍乙醇动态逆流循环提取 34min，第三罐以前一单元提取液补充 1.5 倍乙醇动态逆流循环提取 34min，第四罐以前一单元提取液补充 1 倍乙醇动态逆流循环提取 34min，溶剂用量为 1 : 2.5W/V，收集提取液于

45℃减压浓缩,回收乙醇得含 13.65%印楝素的绿色固态提取物(高效液相色谱法测定),印楝素产率为 0.337%。

[0027] 实施例 5

[0028] 以 4 罐为一组,每罐装入印楝种子粉 1500g,设提取温度为 32℃,第一罐用 5 倍乙酸乙酯动态逆流循环提取 34min,第二罐以前一单元提取液补充 2.5 倍乙酸乙酯动态逆流循环提取 34min,第三罐以前一单元提取液补充 1.5 倍乙酸乙酯动态逆流循环提取 34min,第四罐以前一单元提取液补充 1 倍乙酸乙酯动态逆流循环提取 34min,溶剂用量为 1 : 2.5W/V,收集提取液于 45℃减压浓缩,回收乙酸乙酯得含 19.34%印楝素的绿色固态提取物(高效液相色谱法测定),印楝素产率为 0.228%。

[0029] 实施例 6

[0030] 以 5 罐为一组,每罐装入印楝种子粉 1500g,设提取温度为 32℃,第一罐用 5 倍甲醇动态逆流循环提取 29min,第二罐以前一单元提取液补充 2 倍甲醇动态逆流循环提取 29min,第三罐至第五罐均以前一单元提取液补充 1 倍甲醇动态逆流循环提取 29min,溶剂用量为 1 : 2W/V,收集提取液于 45℃减压浓缩,回收甲醇得含 10.18%印楝素的黄绿色固态提取物(高效液相色谱法测定),印楝素产率为 0.299%。