



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105330670 A

(43) 申请公布日 2016. 02. 17

(21) 申请号 201510858886. 8

(22) 申请日 2015. 12. 01

(71) 申请人 刘寒毅

地址 410001 湖南省长沙市雨花区环保中路
188 号国际企业中心 1 栋 A301

(72) 发明人 刘寒毅

(74) 专利代理机构 长沙正奇专利事务所有限责
任公司 43113

代理人 何为 袁颖华

(51) Int. Cl.

C07D 493/04(2006. 01)

权利要求书2页 说明书7页 附图3页

(54) 发明名称

一种从广玉兰叶连续高效提取小白菊内酯的方法

(57) 摘要

一种从广玉兰叶连续高效提取小白菊内酯的方法, 该方法以新鲜广玉兰叶为原料, 将其破碎后, 以极性有机溶剂为提取剂, 采用恒温梯度串联提取工艺进行提取, 提取液微波减压浓缩后经水洗除杂、脱色、干燥等简单工艺可得到 95% 纯度的小白菊内酯提取物。将提取过程中产生的废渣、废液, 经过除杂、脱色、干燥等简单工艺还可制成不同小白菊内酯含量的低纯度产品。通过本发明方法可以最大限度地提高小白菊内酯提取率, 制得的不同纯度产品能很好地适应不同市场的需求。本发明的整个提取加工过程设备要求不高, 提取效率和原料利用率均很高, 通过采用特殊的恒温梯度串联提取工艺可以使溶剂使用量减少 20%, 生产成本远低于传统提取工艺。

1. 一种从广玉兰叶连续高效提取小白菊内酯的方法,其特征在于,该方法步骤如下:

(1) 原料预处理:以新鲜广玉兰叶为原料,将广玉兰鲜叶打浆破碎,按 1g 叶浆加 2mL 体积浓度为 80%-95% 的极性有机试剂的比例,于叶浆中加入极性有机试剂,常温下冷浸泡 12-24h;

(2) 恒温梯度串联提取:取 3-5 个提取罐串联,将冷浸后的叶浆按提取罐个数等分后分别置入各提取罐中;按 1g 叶浆加 8mL 体积浓度为 80%-95% 的极性有机试剂的比例,于第一提取罐的叶浆中加入极性有机试剂作为提取剂,于 65℃ -70℃ 浸提 20-30min 后,将第一提取罐的提取液抽取到第二提取罐中作为提取剂,于 65℃ -70℃ 浸提 20-30min,再将第二提取罐的提取液抽取至第三提取罐中作为提取剂,于 65℃ -70℃ 浸提 20-30min,依此类推直至最后一个提取罐中的叶浆被浸提完成,得到的提取液 200 目离心过滤;再于第一提取罐中按 1g 滤渣加 8mL 体积浓度为 80%-95% 的极性有机试剂的比例,于第一提取罐的滤渣中加入极性有机试剂按前述方法重复串联提取一次,合并两次的滤液;

(3) 微波真空减压浓缩回收试剂:将提取到的滤液进行微波真空减压浓缩回收极性有机试剂后,得到提取浸膏;其中,微波真空减压浓缩是指真空减压浓缩时采用微波加热升温;

(4) 水洗除杂:于提取浸膏中加入去离子水配制成 PM10 的料液,静置 24h-72h,过滤去除滤液,得到水洗除杂浸膏;

(5) 萃取纯化:于水洗除杂浸膏中加入为浸膏重量 6-10 倍的非极性有机试剂,边加温边搅拌至温度为 35℃ -40℃,继续搅拌 2-3 分钟至浸膏完全溶解,静置萃取 24h 后将上层轻液与下层重液分离;

(6) 微波真空减压浓缩回收试剂:将上层轻液进行微波真空减压浓缩以回收非极性有机试剂,得到浸膏;其中,微波真空减压浓缩是指真空减压浓缩时采用微波加热升温;

(7) 脱色:于浸膏中加入去离子水配制成 PM8-10 的料液,加入为料液重量 10% 的脱色剂,搅拌均匀,进行吸附脱色;抽滤过 300 目,再经过板框过滤器过滤,滤液进行微波真空减压浓缩至得到固形物含量 > 60% 的浓缩液;其中,微波真空减压浓缩是指真空减压浓缩时采用微波加热升温;

(8) 干燥:将浓缩液真空干燥至含水量小于 5%,得到纯度达到 95% 的小白菊内酯;

其中,上述提及的极性有机试剂为甲醇、乙醇或戊醇;

上述提及的非极性有机试剂为乙酸乙酯或氯仿;

上述脱色剂为活性炭。

2. 如权利要求 1 所述的一种从广玉兰叶连续高效提取小白菊内酯的方法,其特征在于,所述步骤(3)、步骤(6)和步骤(7)中真空减压浓缩时的温度由微波加热至 55℃ -65℃,真空度为 0.08Mpa。

3. 如权利要求 1 所述的一种从广玉兰叶连续高效提取小白菊内酯的方法,其特征在于,所述步骤(8)中真空干燥时的温度为 55℃ -60℃。

4. 如权利要求 1 所述的一种从广玉兰叶连续高效提取小白菊内酯的方法,其特征在于,于所述步骤(2)中提取完成后的第一提取罐的料渣中,按 1g 料渣加 8mL 去离子水的比例加入去离子水,于 100℃ 浸提 60min,再将第一提取罐的提取液抽取到第二提取罐中作为提取剂,于 100℃ 浸提 60min,接着将第二提取罐的提取液抽取至第三提取罐中作为提取剂,

于 100℃浸提 60min,依此类推直至最后一个提取罐中的料渣在上一个提取罐的提取液的作用下于 100℃浸提 60min,得到的提取液 200 目离心过滤后真空减压浓缩,当固形物含量达到 35%-40% 时出料,得到干燥成粉后小白菊内酯达到 1% 的液态小白菊内酯。

5. 如权利要求 4 所述的一种从广玉兰叶连续高效提取小白菊内酯的方法,其特征在于,所述真空减压浓缩时采用微波加热至温度为 55-60℃。

6. 如权利要求 1 所述的一种从广玉兰叶连续高效提取小白菊内酯的方法,其特征在于,将所述步骤(4)中过滤去除的滤液经三足离心过滤后,取滤液送真空减压浓缩再送喷雾干燥,得到纯度达到 5% 的小白菊内酯。

7. 如权利要求 6 所述的一种从广玉兰叶连续高效提取小白菊内酯的方法,其特征在于,所述真空减压浓缩时温度采用微波加热,至温度为 55-60℃。

8. 如权利要求 1 所述的一种从广玉兰叶连续高效提取小白菊内酯的方法,其特征在于,将所述步骤(5)中分离得到的下层重液进行真空减压浓缩回收非极性有机试剂后,真空干燥至含水量小于 5%,得到纯度达到 10% 的小白菊内酯;其中,真空减压浓缩时采用微波加热升温。

9. 如权利要求 8 所述的一种从广玉兰叶连续高效提取小白菊内酯的方法,其特征在于,所述真空减压浓缩时采用微波加热至温度为 55℃ -65℃,真空度为 0.08Mpa。

10. 如权利要求 8 所述的一种从广玉兰叶连续高效提取小白菊内酯的方法,其特征在于,所述真空干燥时的温度为 55℃ -60℃。

一种从广玉兰叶连续高效提取小白菊内酯的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种从植物中提取活性成分的方法,尤其是涉及一种以新鲜广玉兰叶为原料连续高效提取特有活性成分小白菊内酯的方法。

背景技术

[0002] 玉兰为木兰科木兰属植物,原产于南美洲,分布在北美洲以及中国大陆的长江流域以南、北京、兰州等地,已由人工引种嫁接栽培,其叶为入药部位,主治外感风寒、头痛鼻塞、脘腹胀痛、呕吐腹泻、高血压、偏头痛等。小白菊内酯是一种倍半萜稀内酯化合物,被证实为药理活性最好的成分。小白菊内酯具有很强的抗肿瘤活性,研究表明,小白菊内酯能够摧毁急性骨髓性白血病细胞,对研制白血病新药大有帮助;可有针对性地消灭引发急性和慢性骨髓性白血病的干细胞,从根本上遏制疾病的发生;可用于治疗偏头痛及风湿性关节炎等多种疾病;可用于驱风剂,治疗肠胃胀;可用于通经剂,杀虫剂(寄生虫);可用于减轻肾痛,头晕和早上呕吐现象;还可以帮助改善感冒、发烧时的不适症状等。就目前情况看,因植物中小白菊内酯的含量低且提取工艺复杂,国内外小白菊内酯的价格都普遍偏高,但需求情况仍呈现供不应求的状态,说明小白菊内酯在医药领域的需求是炙手可热的,且贡献非常重要。

[0003] 目前,国内有关从玉兰叶中提取小白菊内酯的专利已有 4 项,但各自存在着不同的问题:

公开号为 CN103524520A 的专利是将木兰科植物原料晾干、粉碎,二氧化碳超临界萃取,硅胶柱层析,最后结晶得到高纯度白色小白菊内酯。该专利中使用的提取原料为干玉兰叶,而玉兰叶在干制过程中,由于高温、氧化等原因,其所含小白菊内酯会损失 80%,含量从鲜叶的 0.5%~0.7% 降到 0.1% 以下,采用该方法提取小白菊内酯,原料需求大,提取成本高。此外,该专利中采用硅胶柱吸附洗脱法纯化,而硅胶要求粒度为 300 目,在实际生产中很难实现,在料液分离时,由于硅胶粒度为 300 目,因而滤网必须达到 300 目,过小的滤孔极易发生堵塞,料液分离效率低下。若加大滤孔,则硅胶会泄露进入洗脱液,污染产品。

[0004] 公开号为 CN101190258 的专利是一种从玉兰叶和/花中提取富含小白菊内酯的总倍半萜内酯类化合物的方法。该专利也采用干玉兰为原料,纯化过程中使用 300 目硅胶柱吸附洗脱,存在与公开号为 103524520A 的专利同样的问题。此外,该专利采用玉兰叶/和花干燥粉碎,先用水浸泡,去除水提液来防止萃取时乳化现象产生,原料中微溶于水有效成份完全废弃,造成浪费。

[0005] 公开号为 CN101190259 的专利介绍了从玉兰叶和/花中提取广玉兰总内酯提取物的方法。工艺原理同 CN101190258 基本相同,存在相同缺陷。

[0006] 公开号为 CN102241684A 的专利介绍了从广玉兰根皮中提取内酯提取小白菊内酯物的方法,而广玉兰作为多年生木本植物,通过实生苗进行繁殖,生长周期极长,无法短时间大量繁育,因此,实际园林生产中主要通过嫁接繁殖,常用木兰(木笔、辛夷)作砧木,而木兰(木笔、辛夷)根皮中几乎不含有小白菊内酯,因此,在实际生产中很难获得大量原料,导

致该专利技术在 实际生产中根本没有应用价值。

发明内容

[0007] 本发明所要解决的技术问题是：针对国内现有从玉兰叶中提取小白菊内酯存在的各种问题，提供一种从广玉兰叶连续高效提取小白菊内酯的方法。

[0008] 为了解决上述技术问题，本发明所采用的技术方案是：一种从广玉兰叶连续高效提取小白菊内酯的方法，该方法步骤如下：

(1) 原料预处理：以新鲜广玉兰叶为原料，将广玉兰鲜叶打浆破碎，按 1g 叶浆加 2mL 体积浓度为 80%–95% 的极性有机试剂的比例，于叶浆中加入极性有机试剂，常温下冷浸泡 12–24h；

(2) 恒温梯度串联提取：取 3–5 个提取罐串联，将冷浸后的叶浆按提取罐个数等分后分别置入各提取罐中，按 1g 叶浆加 8mL 体积浓度为 80%–95% 的极性有机试剂的比例，于第一提取罐的叶浆中加入极性有机试剂作为提取剂，加热至温度为 65℃–70℃，保持该温度浸提 20–30min 后，将第一提取罐的提取液抽取到第二罐提取中作为提取剂，加热至温度为 65℃–70℃，保持该温度浸提 20–30min，再将第二提取罐的提取液抽取至第三提取罐中作为提取剂，加热至温度为 65℃–70℃，保持该温度浸提 20–30min，依此类推直至最后一个提取罐的叶浆在上一个提取罐的提取液的作用下于 65–70℃ 浸提 20–30min，得到的提取液 200 目离心过滤；再于第一提取罐中按 1g 滤渣加 8mL 体积浓度为 80%–95% 的极性有机试剂的比例，于第一提取罐的滤渣中加入极性有机试剂按前述方法重复串联提取一次，合并两次的滤液；其中，上述提及的离心过滤为三足离心布袋过滤。

[0009] (3) 微波真空减压浓缩回收试剂：将提取到的滤液进行微波真空减压浓缩回收极性有机试剂后，得到提取浸膏；其中，微波真空减压浓缩是指真空减压浓缩时温度采用微波加热至温度为 55℃–65℃，真空度为 0.08Mpa。

[0010] (4) 水洗除杂：于提取浸膏中加入去离子水配制成 PM10 的料液，静置 24h–72h，过滤去除滤液，得到水洗除杂浸膏；

(5) 萃取纯化：于水洗除杂浸膏中加入为浸膏重量 6–10 倍的非极性有机试剂，边加热边搅拌至温度为 35℃–40℃，继续搅拌 2–3 分钟至浸膏完全溶解，静置萃取 24h 后将上层轻液与下层重液分离；

(6) 微波真空减压浓缩回收试剂：将上层轻液进行微波真空减压浓缩以回收非极性有机试剂，得到浸膏；其中，微波真空减压浓缩是指真空减压浓缩时温度采用微波加热，至温度为 55℃–65℃，真空度为 0.08Mpa。

[0011] (7) 脱色：于浸膏中加入去离子水配制成 PM8–10 的料液，加入为料液重量 10% 的脱色剂，搅拌均匀，进行吸附脱色；真空抽滤过 300 目（必要时，滤液可再加入一次脱色剂重复脱色一次），再经过板框过滤器过滤，滤液经真空减压浓缩至得到固形物含量 > 60% 的浓缩液，其中，真空减压浓缩时温度采用微波加热，至温度为 55℃–65℃，真空度为 0.08Mpa。

[0012] (8) 干燥：将浓缩液真空干燥至含水量小于 5%，得到纯度达到 95% 的小白菊内酯；其中，真空干燥时的温度为 55℃–60℃。

[0013] 其中，上述提及的极性有机试剂为甲醇、乙醇或戊醇；上述提及的非极性有机试剂为乙酸乙酯或氯仿；上述提及的脱色剂为活性炭。

[0014] 上述提取方法完成后,可进一步将废弃的废渣、废液利用,按下述方法制成不同小白菊内酯含量的低纯度产品,实现有效成分的最大限度提取利用,如:

于上述步骤(2)中浸提完成后的第一提取罐的料渣中,按 1g 料渣加 8mL 去离子水的比例加入去离子水,于 100℃浸提 60min,再将第一提取罐的提取液抽取到第二提取罐中作为提取剂,于 100℃浸提 60min,接着将第二提取罐的提取液抽取至第三提取罐中作为提取剂,于 100℃浸提 60min,依此类推直至最后一个提取罐中的料渣在上一个提取罐的提取液的作用下于 100℃浸提 60min,得到的提取液 200 目离心过滤后,进行真空减压浓缩,当固形物含量达到 35%-40%时出料,得到干燥成粉后小白菊内酯达到 1%的液态小白菊内酯。其中,真空减压浓缩时的温度采用微波加热,至温度为 55-60℃;上述提及的离心过滤为三足离心布袋过滤。

[0015] 将上述步骤(4)中过滤出的滤液经过三足离心过滤后,取滤液送真空减压浓缩,再喷雾干燥,得到纯度达到 5%的小白菊内酯。其中,所述真空减压浓缩时的温度采用微波加热,至温度为 55℃-60℃。

[0016] 将上述步骤(5)中分离得到的下层重液进行真空减压浓缩回收非极性有机试剂后,真空干燥至含水量小于 5%,得到纯度达到 10%的小白菊内酯;其中,真空减压浓缩时真空度为 0.08Mpa,温度采用微波加热升温,至温度为 55℃-65℃;真空干燥时的温度为 55℃-60℃。

[0017] 本文中提及的微波加热升温,是于现有真空减压浓缩设备中装设微波发射装置(微波发射装置为现有技术),以微波加热代替传统的蒸汽加热,在真空条件下,实现物料快速升温蒸发。

[0018] 本发明主要进行了以下改进:

1、采用新鲜玉兰叶为原料进行小白菊内酯的提取,减少有效成分的损失(结合参见图 1 及图 2,图 1 中箭头所指玉兰干叶的小白菊内酯含量 0.105% 远低于图 2 中箭头所指鲜玉兰叶的小白菊内酯含量 0.643%)。新鲜玉兰树叶不仅有效成分含量高且价格便宜、来源广泛、容易获取,为工业化大批量生产奠定了基础。

[0019] 2、采用恒温梯度串联提取方法进行小白菊内酯的提取。恒温梯度串联提取是将 3-5 个提取罐串联进行浸提,前一提取罐浸提完成后,分离提取液加入到下一个提取罐继续浸提,浸提过程是在恒温条件下进行,提取液中有效成分的浓度逐级梯度递增,最终使提取液中有效成分的浓度达到最高水平。实际生产中,滤渣可进行多次提取,且经过 2-3 次重复提取后,可将第一提取罐中的物料更换为新原料,以第二提取罐为初始提取罐,加入新提取剂,依次浸提,此时,浸提次序变为第二、第三、第四、第五、第一,第一提取罐最后浸提。按同样的原理更换原料、浸提液及浸提次序,可使生产连续进行。

[0020] 采用恒温梯度串联提取方法,所串联的罐越多,浸提次数越多,与每一罐分别提取的传统工艺相比,在使用等量提取剂的情况下,提取效率可得到有效提高,且生产连续性好,后续浓缩、蒸发回收溶剂的效能也将提高,可有效降低生产成本。

[0021] 3、采用微波加热方式,即在一般真空减压浓缩罐中加入微波发射装置,以微波加热代替传统的蒸汽加热,在真空条件下,实现物料快速升温蒸发,可以进一步降低生产成本。

[0022] 4、通过恒温梯度串联提取方法还可有效提高小白菊内酯在提取液中的浓度,简化

后续纯化难度,使得后续工艺中无需采用复杂且存在污染风险的硅胶柱吸附洗脱纯化,通过简单的浓缩、干燥工艺即可获得纯度较高的产品。

[0023] 5、将传统提取工艺中原先废弃的废渣、废液,经过除杂、脱色、干燥等简单工艺制成不同小白菊内酯含量的低纯度产品,实现有效成分的最大限度提取利用。同时,产品类型也得到丰富,可以适应不同市场的需要。

[0024] 如此,本发明具有以下有益效果:

1. 采用串联提取,醇提后渣再水提,醇提水沉,静态萃取等简单工艺优化组合,溶剂残留低,提取效率高,可达到 99% 以上,提取完成后检测药渣中小白菊内酯含量为 0.0025%(参见图 3 中箭头所指),几乎可以忽略。

[0025] 2. 采用鲜叶提取小白菊内酯,解决了干叶中小白菊含量低,原料消耗大问题;在工艺上采用串联梯度提取工艺,比传统方法节约试剂投量 20%,降低浓缩工作量 10%;

3. 本发明采用先试剂提取,再“醇提水沉”的方法,结晶析出不溶于水的最大部分有效成分,解决了萃取环节中乳化现象。

[0026] 4. 本发明可生产四类小白菊内酯产品,其有效成分含量分别达到 1%、5%、10%、95%,可以满足不同市场需求。尤其是对于要求保持原料天然性保健食品,纯度低的产品可直接定型包装,节省了另行调配的生产成本。应用灵活性得到极大提高。

附图说明

[0027] 图 1 是原料干叶小白菊内酯含量监控图谱。

[0028] 图 2 是原料鲜叶小白菊内酯含量监控图谱。

[0029] 图 3 是提取完成后残渣中小白菊内酯含量监控图谱。

[0030] 图 4 是浸提废渣提取物小白菊内酯含量检测,箭头所指小白菊内酯含量为 1.06%。

[0031] 图 5 是本发明主要产品小白菊内酯含量检测,箭头所指小白菊内酯含量为 95.57%。

具体实施方式

[0032] 实施例 1

取 4 个提取罐串联。称取 50kg 广玉兰鲜叶打浆破碎,将叶浆分为 4 份,每份 12.5kg,分别置于 25L 体积浓度为 90% 的甲醇中,常温下冷浸泡 20h,将该 4 份冷浸泡后的叶浆分别置入该 4 个提取罐中,于第一提取罐中加入 100L 体积浓度为 90% 的甲醇,加温至 65℃ -70℃,保持该温度,25min 后抽取第一提取罐的提取液到第二提取罐中,加温至 65℃ -70℃,保持该温度,25min 后抽取第二提取罐的提取液到第三提取罐中,加温至 65℃ -70℃,保持该温度,25min 后抽取第三提取罐的提取液到第四提取罐中,加温至 65℃ -70℃,保持该温度 25min,得到的提取液经三足离心布袋过滤(200 目),取滤液。再于第一提取罐内抽取提取液后剩下的料渣中加入 100L 体积浓度为 90% 的甲醇,加温至 65℃ -70℃,保持该温度,25min 后抽取第一提取罐的提取液到第二提取罐中,加温至 65℃ -70℃,保持该温度,25min 后抽取第二提取罐的提取液到第三提取罐中,加温至 65℃ -70℃,保持该温度,25min 后抽取第三提取罐的提取液到第四提取罐中,加温至 65℃ -70℃,保持该温度 25min,得到的提取液经三足离心布袋过滤(200 目),取滤液,合并 2 次滤液。

[0033] 浸提完成后的第一提取罐中的原料渣按 1g 料渣加入 8mL 去离子水的比例加入去离子水,加温到 100℃浸提 60min,再将第一提取罐的提取液抽至第二提取罐中作为提取剂对其中的原料渣于 100℃浸提 60min,接着将第二提取罐中的提取液抽至第三提取罐中作为提取剂对其中的原料渣于 100℃浸提 60min,最后将第三提取罐中的提取液抽到第四提取罐中作为提取剂对其中的原料渣于 100℃浸提 60min,第四提取罐的提取液经三足离心布袋过滤(200 目)后真空减压浓缩(温度采用微波加热至 55-60℃),当固形物含量为 40%时出料,经离心干燥设备干燥,所得产品经检测,0.5kg 产品中小白菊内酯含量为 1%。

[0034] 前述合并的滤液经装有微波发射装置的真空减压浓缩设备进行微波真空减压浓缩,在真空度 0.08Mpa、微波加热至 60℃下回收甲醇,得提取浸膏;于提取浸膏中加入去离子水配制成 PM10 的料液,静置 72h(醇提水沉),过滤去除滤液,得到水洗除杂浸膏。醇提水沉步骤完成后的滤液经过三足离心过滤,取滤液送真空减压浓缩(微波加热至温度为 55-60℃),送喷雾干燥,所得产品经检测,1kg 产品中小白菊内酯含量为 5%。于水洗除杂浸膏中加入为浸膏重量 10 倍的乙酸乙酯,边加温边搅拌至温度为 40℃后,继续搅拌 2-3 分钟使浸膏完全溶解,再静置萃取 24h,通过虹吸法将上层轻液与下层重液分离;下层重液经真空减压浓缩(采用微波加热升温至温度为 55℃-65℃)回收乙酸乙酯后,于 60℃真空干燥至含水量小于 5%,所得产品经检测,小白菊内酯含量为 10%;上层轻液经真空减压浓缩(微波加热至 60℃、0.08Mpa)回收乙酸乙酯,得到浸膏,于浸膏中加入去离子水配制成 PM10 的料液,于该料液中加入为料液重 10%的活性炭,搅拌均匀,真空 300 目抽滤,再使用板框过滤器过滤,滤液经真空减压浓缩(微波加热至温度为 55-65℃)至固形物含量为 70%后再送真空干燥箱于 60℃干燥,163g 产品检测产品(白色)小白菊内酯含量为 97.2%。

[0035] 实施例 2

取 5 个提取罐串联。称取 50kg 广玉兰鲜叶打浆破碎,将叶浆分为 5 份,每份 10kg,分别置于 20L 体积浓度为 95% 的乙醇中,常温下冷浸泡 12h,将该 5 份冷浸泡后的叶浆分别置于该 5 个提取罐中,于第一提取罐中加入 80L 体积浓度为 95% 的乙醇,加温至 65℃-70℃,保持该温度,30min 后抽取第一提取罐的提取液到第二提取罐中,加温至 65℃-70℃,保持该温度,30min 后抽取第二提取罐的提取液到第三提取罐中,加温至 65℃-70℃并保持该温度,30min 后抽取第三提取罐的提取液到第四提取罐中,加温至 65℃-70℃,保持该温度,30min 后抽取第四提取罐的提取液到第五提取罐中,加温至 65℃-70℃,保持该温度 30min,得到的提取液经三足离心布袋过滤(200 目);再于第一提取罐内剩下的渣中加入 80L 体积浓度为 95% 的乙醇,加温至 65℃-70℃,保持该温度,30min 后抽取第一提取罐的提取液到第二提取罐中,加温至 65℃-70℃,保持该温度,30min 后抽取第二提取罐的提取液到第三提取罐中,加温至 98℃-100℃并保持该温度,30min 后抽取第三提取罐的提取液到第四提取罐中,加温至 65℃-70℃,保持该温度,30min 后抽取第四提取罐的提取液到第五提取罐中,加温至 65℃-70℃,保持该温度 30min,得到的提取液经三足离心布袋过滤(200 目),合并 2 次滤液。

[0036] 浸提完成后的第一提取罐中的原料渣按 1g 料渣加入 8mL 去离子水的比例加入去离子水,加温到 100℃浸提 60min,再将第一提取罐的提取液抽至第二提取罐中作为提取剂对其中的原料渣于 100℃浸提 60min,接着将第二提取罐中的提取液抽至第三提取罐中作为提取剂对其中的原料渣于 100℃浸提 60min,接着将第三提取罐中的提取液抽到第四提

取罐中作为提取剂对其中的原料渣于 100℃浸提 60min, 最后将第四提取罐中的提取液抽到第五提取罐中作为提取剂对其中的原料渣于 100℃浸提 60min, 第五提取罐的提取液经三足离心布袋过滤(200 目)后真空减压浓缩(温度采用微波加热至 55-60℃), 当固形物含量为 35% 时出料, 经离心干燥设备干燥, 所得产品经检测, 0.5kg 产品中小白菊内酯含量为 1%。

[0037] 前述合并的滤液经装设有微波发射装置的真空减压浓缩设备进行真空减压浓缩, 在真空度 0.08Mpa。微波加热至 65℃ 下回收乙醇, 得提取浸膏; 于提取浸膏中加入去离子水配制成 PM10 的料液, 静置 56h (醇提水沉), 过滤去除滤液, 得到水洗除杂浸膏。醇提水沉步骤完成后的滤液经过三足离心过滤后, 取滤液送真空减压浓缩(温度采用微波加热至 55-60℃), 再经喷雾干燥, 所得产品经检测, 1kg 产品小白菊内酯含量为 5%。于水洗除杂浸膏中加入为浸膏重量 8 倍的氯仿, 边加温边搅拌至温度为 40℃ 后, 继续搅拌 2-3 分钟使浸膏完全溶解, 再静置萃取 24h, 通过虹吸法将上层轻液与下层重液分离; 下层重液经真空减压浓缩(采用微波加热升温至 55-65℃)回收氯仿后, 于 55℃ 真空干燥至含水量小于 5%, 检测产品小白菊内酯含量为 10%; 上层轻液经真空减压浓缩(微波加热至 55℃、0.08Mpa)回收氯仿, 得到浸膏, 于浸膏中加入去离子水配制成 PM9 的料液, 于该料液中加入为料液重 10% 的活性炭, 搅拌均匀, 真空 300 目抽滤, 再使用板框过滤器过滤, 滤液经真空减压浓缩(温度采用微波加热至 55-65℃)至固形物含量为 80%, 再送真空干燥箱于 55℃ 干燥, 163g 产品检测产品(白色)小白菊内酯含量为 98.1%。

[0038] 实施例 3

取 3 个提取罐串联。称取 51kg 广玉兰鲜叶打浆破碎, 将叶浆分为 3 份, 每份 17kg, 分别置于 34L 体积浓度为 80% 的戊醇中, 常温下冷浸泡 24h, 将该 3 份冷浸泡后的叶浆分别置于该 3 个提取罐中, 于第一提取罐中加入 136L 体积浓度为 80% 的戊醇, 加温至 65℃ -70℃, 保持该该温度, 20min 后抽取第一提取罐的提取液到第二提取罐中, 加温至 65℃ -70℃, 保持该温度, 20min 后抽取第二提取罐的提取液到第三提取罐中, 加温至 65℃ -70℃, 保持该温度 20min, 得到的提取液经三足离心布袋过滤(200 目), 取滤液; 再于第一提取罐内剩下的渣中加入 136L 体积浓度为 80% 的戊醇, 加温至 65℃ -70℃, 保持该温度, 20min 后抽取第一提取罐的提取液到第二提取罐中, 加温至 65℃ -70℃, 保持该温度, 20min 后抽取第二提取罐的提取液到第三提取罐中, 加温至 65℃ -70℃, 保持该温度 20min, 得到的提取液经三足离心布袋过滤(200 目), 取滤液, 合并 2 次滤液。

[0039] 浸提完成后的第一提取罐中的原料渣按 1g 料渣加入 8mL 去离子水的比例加入去离子水, 加温到 100℃浸提 60min, 再将第一提取罐的提取液抽至第二提取罐中作为提取剂对其中的原料渣于 100℃浸提 60min, 接着将第二提取罐中的提取液抽至第三提取罐中作为提取剂对其中的原料渣于 100℃浸提 60min, 第三提取罐的提取液经三足离心布袋过滤(200 目)后真空减压浓缩(温度采用微波加热至 55-60℃), 当固形物含量为 38% 时出料, 经离心干燥设备干燥, 0.5kg 产品检测产品含量小白菊内酯为 1.06%, 见图 4。

[0040] 前述合并的滤液经装设有微波发射装置的真空减压浓缩设备进行真空减压浓缩, 在真空度 0.08Mpa)微波加热至 55℃ 下回收戊醇, 得提取浸膏; 于提取浸膏中加入去离子水配制成 PM10 的料液, 静置 30h (醇提水沉), 过滤去除滤液, 得到水洗除杂浸膏。醇提水沉步骤完成后的滤液经过三足离心过滤后, 取滤液送真空减压浓缩(微波加热至温度为

55-60℃),再送喷雾干燥,1kg 产品检测小白菊内酯含量 5%。于水洗除杂浸膏中加入为浸膏重量 6 倍的乙酸乙酯,适当加温温度低于 40℃,搅拌 2-3 分钟使浸膏完全溶解,再静置萃取 24h,通过虹吸法将上层轻液与下层重液分离;下层重液经真空减压浓缩(采用微波加热升温至 55-65℃)回收乙酸乙酯后,于 60℃真空干燥至含水量小于 5%,检测产品小白菊内酯含量为 10%;上层轻液经真空减压浓缩(微波加热至 65℃、0.08Mpa 回收乙酸乙酯,得到浸膏,于浸膏中加入去离子水配制成 PM8 的料液,于该料液中加入为料液重 10%的活性炭,搅拌均匀,真空 300 目抽滤,再使用板框过滤器过滤,滤液经真空减压浓缩(温度采用微波加热至 55-65℃)至固形物含量为 65%,再将得到的浓缩液送真空干燥箱于 58℃干燥,163g 产品检测产品(白色)小白菊内酯含量为 95.57%,见图 5。

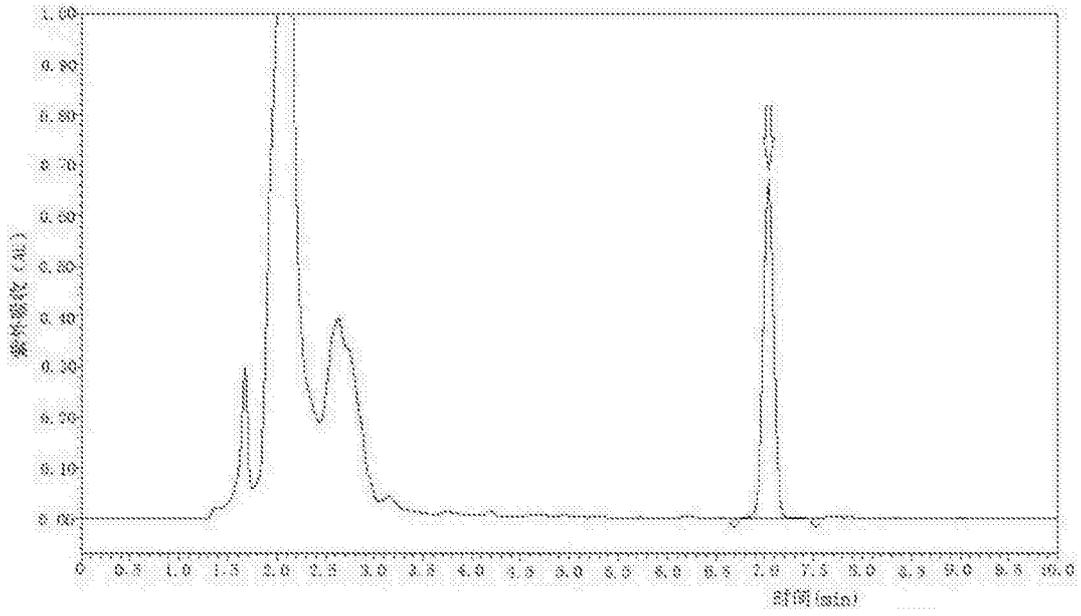


图 1

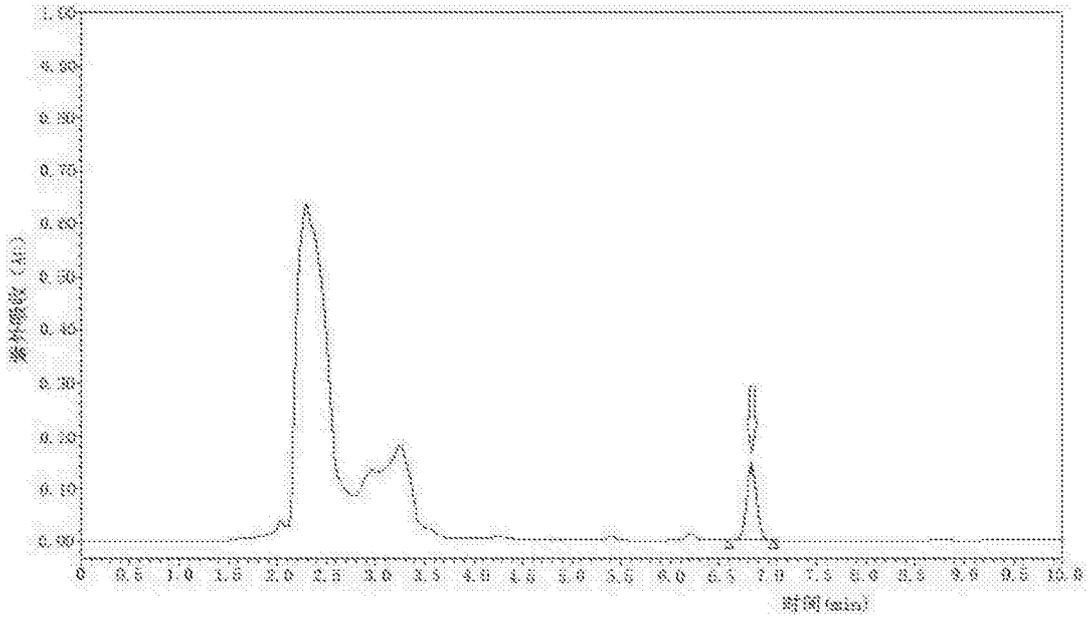


图 2

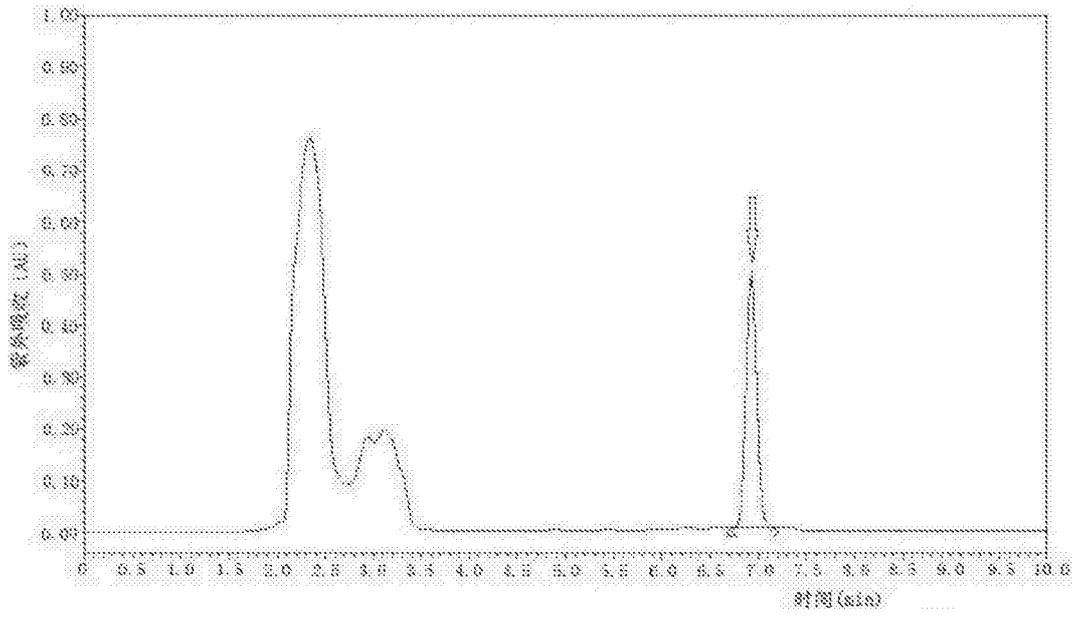


图 3

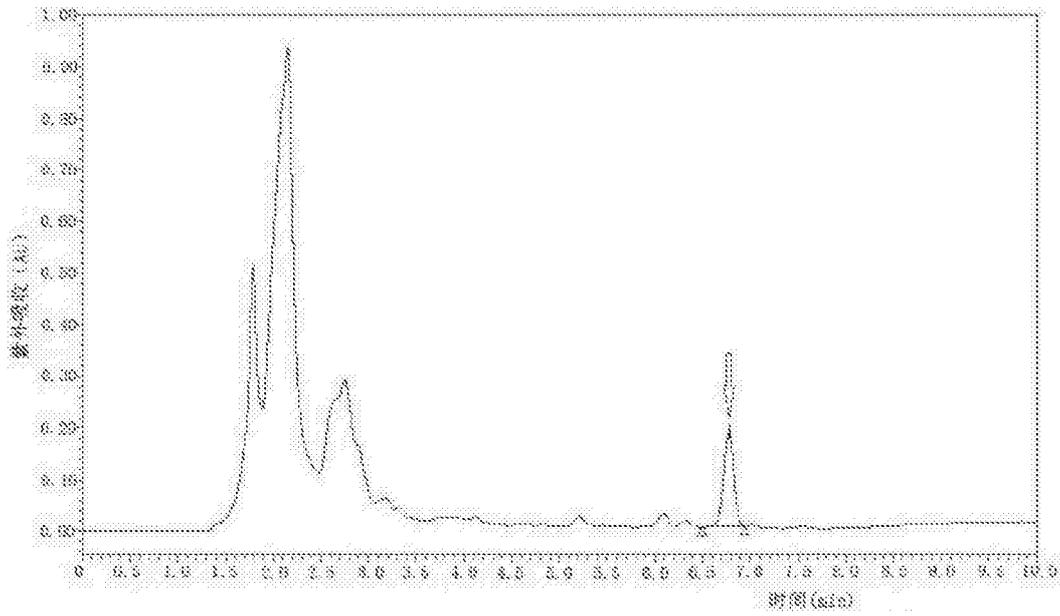


图 4

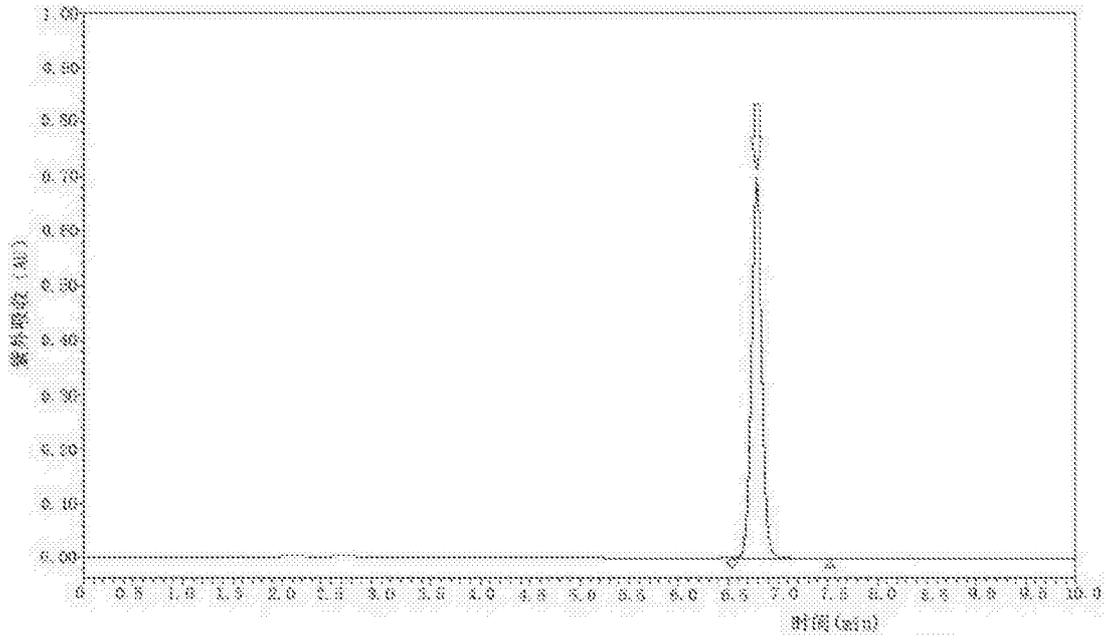


图 5