

金银花减压提取工艺研究

徐连明<sup>1,2\*</sup>, 徐桂红<sup>1,2</sup>, 王振中<sup>1,2</sup>, 萧伟<sup>1,2\*</sup>

(1. 江苏康缘药业股份有限公司, 江苏 连云港 222001;

2. 中药制药过程新技术国家重点实验室(筹), 江苏 连云港 222001)

[摘要] 目的: 筛选金银花减压提取工艺条件。方法: 以绿原酸的转移率为考察指标, 采用正交试验法对加水量、真空度、时间、pH 因素进行优选研究, 并与温浸法、常压煎煮法进行比较。结果: 金银花减压提取的最优工艺为加水量 20 倍(pH 5.0), 真空度 - 0.070 mPa(温度 75 ), 提取 2 次, 每次 1 h。减压提取法优于温浸法和常压煎煮法。结论: 该工艺稳定可行, 对同性质的药材提取有一定的借鉴意义。

[关键词] 金银花; 减压回流提取法; 温浸法; 常压煎煮法

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2011) 05-0031-03

Study on Vacuum Extraction Process of Honeysuckle

XU Lian-ming<sup>1,2\*</sup>, XU Gui-hong<sup>1,2</sup>, WANG Zhen-zhong<sup>1,2</sup>, XIAO Wei<sup>1,2\*</sup>

(1. Jangsu Kanion Pharmaceutical Co, Ltd, Lianyungang 222001, China;

2. State Key Laboratory of Pharmaceutical New-tech for Chinese Medicine, Lianyungang 222001, China)

[Abstract] **Objective:** To select the best vacuum extraction process of honeysuckle. **Method:** Orthogonal design was used on the optimum extracting process to determine the effect of water dosage, vacuity, time, pH with the extracting rate of chlorogenic acid as maker, which compared with warm immersion and ordinary pressure refluxing extraction. **Result:** The optimal vacuum extracting process for chlorogenic acid was: adding 20 folds of water( pH 5.0) , - 0.070 mPa( 75 ) vacuum; extracted 2 times for 1 hour each time. And the decompressed refluxing extraction method was superior to the warm soaking method and the boiling method. **Conclusion:** The optimized extraction process is stable and feasible, and it offers a certain reference value for the same kind herbal to extract.

[Key words] honeysuckle; decompressed refluxing extraction method; warm soaking method; boiling method

金银花是忍冬科植物忍冬 *Lonicera japonica* Thunb. 的干燥花蕾或带初开的花<sup>[1]</sup>。其主要有效成分为绿原酸及异绿原酸<sup>[2]</sup>。目前从金银花中提取绿原酸多采用煎煮法、浸渍法、回流法等<sup>[3-5]</sup>, 其中最常见的是煎煮提取法。由于金银花的主要药效成分绿原酸为热不稳定物质, 在常压沸腾状况下随着时间

的延长, 绿原酸分解越多。减压条件下溶剂沸腾温度会降低。减压回流提取法<sup>[6-8]</sup>是在常规提取器上面加上真空系统, 使溶剂在较低的温度下沸腾, 避免热敏性成分被破坏的一种新型提取方法。

本文采用正交试验法对金银花减压回流提取工艺进行研究, 同时与温浸法、常压煎煮法进行比较, 筛选最佳提取工艺条件。

1 仪器与试药

高效液相色谱仪( waters2695-2996) 。

绿原酸对照品( 批号 110753-200413, 中国药品生物制品检定所提供, 含量测定用); 金银花购自安徽亳州药材市场, 批号 100301, 经连云港市药品检

[收稿日期] 2010-09-20

[基金项目] 国家科技部重大新药创制( 2009ZX09313-032)

[第一作者] 徐连明, 硕士, 高级工程师, 从事中药新药的研究, Tel: 0518-85521936, E-mail: lygxlm7777@ 126. com

[通讯作者] \* 萧伟, 博士, 研究员级高级工程师, 从事中药制剂和创新中药的开发与研究, Tel: 0518-85521933

验所王统康主任药师鉴定为忍冬科植物忍冬 *Lonicera japonica* Thunb 的干燥花蕾, 甲醇、乙腈为色谱纯, 盐酸等其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 减压回流法 取金银花药材 150 g, 于 5 000 mL圆底烧瓶中, 电热套加热, 回流管上端接真空泵, 真空度 - 0. 090 mPa时沸腾温度为 62 ~65 , 真空度 - 0. 070 mPa时沸腾温度为 72 ~75 , 真空度 - 0. 050 mPa时沸腾温度为 84 ~86 。

2.2 金银花减压提取正交试验 根据文献报道<sup>[3-5]</sup>及我公司提取金银花的实践经验, 确定考察因素为真空度、时间、加水量及 pH, 分别取 3 个水平进行考察。考察因素及水平见表 1。采用 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>) 正交试验表设计实验方案, 同时对比考察温浸法和常压煎煮法, 以绿原酸转移率作为考察指标。

表 1 金银花减压提取正交试验因素水平

水平	A 加水量 / 倍	B 真空度 /mPa	C 时间 /h	D pH
1	15	- 0. 090	1. 0	4. 0
2	20	- 0. 070	1. 5	5. 0
3	25	- 0. 050	2. 0	7. 0

正交实验结果见表 2, 方差分析见表 3。

表 2 金银花减压提取正交试验结果

No.	A	B	C	D	绿原酸转移率 / %
1	1	1	1	1	78. 3
2	1	2	2	1	88. 6
3	1	3	3	1	77. 6
4	2	1	2	2	74. 8
5	2	2	3	2	91. 4
6	2	3	1	2	93. 1
7	3	1	3	3	86. 3
8	3	2	1	3	82. 0
9	3	3	2	3	90. 1
K <sub>1</sub>	81. 50	79. 80	84. 47	86. 60	
K <sub>2</sub>	86. 43	87. 33	84. 50	89. 33	
K <sub>3</sub>	86. 13	86. 93	85. 10	78. 13	
R	4. 93	7. 53	0. 63	11. 20	

表 3 绿原酸转移率方差分析

方差来源	SS	f	F	P
A	45. 896	2	8. 25	
B	107. 796	2	19. 37	< 0. 05
C( 误差)	0. 762	2	0. 14	
D	204. 596	2	36. 76	< 0. 05

注: F<sub>0. 05</sub>( 2, 2) = 19。

方差分析表明, 因素 B D对于金银花减压提取工艺具有显著影响, 因素 A影响次之, 因素 C影响最小。同时根据极差分析发现各因素对于试验结果的影响大小顺序为 D> B> A> C。金银花减压提取最佳工艺为 A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>C<sub>1</sub>D<sub>2</sub>: 加水量 20 倍, 真空度 - 0. 070 MPa, 提取时间为每次 1 h( 提取 2 次), 溶剂 pH 5. 0。

2.3 验证试验 为进一步考察优选工艺的可靠性及稳定性, 取 3 份药材各 150 g按上述最佳提取工艺条件进行验证试验。操作方法同前, 测定结果绿原酸转移率分别为 99. 31%, 98. 56%, 99. 11%, 表明该优选工艺稳定可行。

2.4 减压回流提取法与温浸法、常压煎煮法的比较

2.4.1 温浸法 取金银花药材 150 g, 于 5 000 mL圆底烧瓶中, 加 20 倍量 pH 5. 0 的水, 温浸 2 次( 温度 70 ~80 ), 每次 1 h。合并 2 次提取液, 检测绿原酸含量, 计算绿原酸转移率。

2.4.2 常压煎煮法 取金银花药材 150 g, 于 5 000 mL圆底烧瓶中, 加 20 倍量 pH 5. 0 的水, 煎煮 2 次, 每次 1 h。合并 2 次提取液, 检测绿原酸含量, 计算绿原酸转移率。

对比试验结果可以看出, 绿原酸转移率是减压回流提取法最高( 99. 11%), 其次是温浸法( 90. 00%), 最低是常压煎煮法( 76. 78%) 。

3 讨论

常压提取沸腾温度一般在 100 , 许多热敏性物质在此条件下会被破坏。在减压条件下, 溶剂沸点会降低。这样既不致使药材中热敏性物质遭受高温煎煮的破坏, 又不会使高温煎煮中容易水解而产生的许多大分子杂质如淀粉、糊精、蛋白质、色素、鞣酸、粘液质等大量带到提取液中来。从而达到提高目标成分转移率、降低出膏率的目的, 为后续分离纯化提供更好的基础。减压提取明显优于普通提取方法, 而且对设备改造要求不高, 值得推广到具有相似性质的中药材提取工艺中。

[ 参考文献]

[ 1] 中国药典. 一部[ S] . 2005: 152.

[ 2] 王宝葵. 中成药质量标准与标准物质研究[ M] . 北京: 中国医药科技出版社, 1994: 143.

[ 3] 张宏宇, 赵登亮, 贾海涛, 等. 金银花提取工艺正交实验研究[ J] . 内蒙古医学院学报, 1999, 21( 2) : 115.

[ 4] 宋德花, 梁运霞, 刘广文, 等. 正交试验法优选金银花中绿原酸水提醇沉工艺的研究[ J] . 黑龙江畜牧兽医职

蜂胶提取工艺的改进

孙静<sup>1,2\*</sup>, 薛瑞<sup>3</sup>, 刘洁琼<sup>1</sup>

(1. 陕西中医学院药学院, 陕西 咸阳 712046; 2. 湖南中医药大学, 长沙 410208;  
3. 宁夏药品检验所, 银川 750004)

[摘要] 目的: 通过研究工艺改进前后蜂胶提取物总黄酮含量及出膏率的变化, 得到改进提取工艺参数。方法: 以总黄酮含量为考察指标, 对温浸法、超声提取法、冷浸法等 3 种提取方法以及提取温度进行考察; 以总黄酮含量和出膏率为考察指标, 采用 L<sub>9</sub>3<sup>4</sup> 正交设计对乙醇体积分数、提取时间、乙醇用量、提取次数 4 个因素进行考察; 比较蜂胶除蜡前后总黄酮含量和出膏率的变化。结果: 蜂胶最佳提取工艺为 10 倍量 75% 乙醇温浸 3 次, 每次 2 h。蜂胶除蜡后提取, 总黄酮含量增加 14. 43%, 出膏率降低 61. 71%。结论: 蜂胶除蜡后, 不降低有效部位含量同时可大大降低出膏率, 利于制剂, 该方法优于传统直接提取有效部位工艺, 且简便可行。

[关键词] 蜂胶; 提取工艺; 改进; 总黄酮含量; 出膏率

[中图分类号] R283. 6 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2011) 05-0033-04

Research on Improvement of Propolis Extracting Technology

SUN Jing<sup>1, 2\*</sup>, XUE Rui<sup>3</sup>, LIU Jie-qiong<sup>1</sup>

(1. School of Pharmacy, Shaanxi University of Traditional Chinese Medicine, Xianyang 712046, China;  
2. Hunan University of Traditional Chinese Medicine, Changsha 410208, China;  
3. Ningxia Institute for Drug Control, Yinchuan 750004, China)

[Abstract] **Objective:** To research the changes of flavonoids content and the rate of extractum extracted between improvement technology and traditional technology, extraction technique to be improved. **Method:** Rutin was used as reference substance to determine the total flavonoid content in propolis by UV spectrophotometry. three different extraction methods including soaking method, ultrasonic extraction, cold soak and the extraction temperature were investigated with total flavonoids and the rate of extractum extracted as the investigation indexes; 4 factors of ethanol concentration, extraction time and ethanol, extraction times were investigated by orthogonal design. Parallel testing was adopted in the investigations. **Result:** Extraction times had significant impact on the total flavonoids of propolis at 60 . The optimum technology conditions were as follows: 10 times amount of 75% ethanol, soaking 3 times, extracted for 2 hours each time. The total flavonoids increased 14. 43% and the rate of extractum extracted de-

[收稿日期] 20101009(001)  
[基金项目] 陕西省教育厅科技计划项目(09JK405); 陕西省重点学科建设项目  
[通讯作者] \* 孙静, 讲师, 从事秦岭地产药材的开发应用, 中药制剂新剂型与新技术研究, Tel: 029-38185175, E-mail: ph. 175@ 163. com

业学院学报, 2006, 5(1): 21.

[5] 白海波, 王剑飞, 周蒂. 金银花提取条件对绿原酸含量的影响[J]. 中国现代应用药学杂志, 2003, 20(2): 130.

[6] 马庆宇, 孙红岩. 中药减压提取工艺探讨[J]. 黑龙江科技信息, 2009, 14: 165.

[7] 陈晓东. 用于中药提取的减压提取装置[J]. 机电信息, 2005, 16: 55.

[8] 陈晓东, 肖莹. 中药减压提取的实验方法[J]. 机电信息, 2006, 17: 29.

[责任编辑 仝燕]