

## 减压内部沸腾法提取金银花中的绿原酸\*

# The Extraction of Chlorogenic Acid from Flos Lonicerae by Decompressing Inner Ebullition

郝瑞然, 韦藤幼

HAO Rui-ran, WEI Teng-you

(广西大学化学化工学院, 广西南宁 530004)

(College of Chemistry and Chemical Engineering, Guangxi University, Nanning, Guangxi, 530004, China)

**摘要:**减压内部沸腾法是用少量低沸点解吸剂润湿被提取物粉末,使其中的有效成分充分解吸,然后加入一定温度的热提取溶剂并迅速减压,使渗透到植物组织内部的解吸剂首先沸腾,强化提取过程。用减压内部沸腾法提取金银花中绿原酸,在70℃下提取绿原酸的得率为9.0%,浸膏中绿原酸含量为18.5%,提取2次共需时间8min。与传统方法相比,提取温度减少30℃,提取速度仍然快11.5倍,杂质提出量减少12%。

**关键词:**绿原酸 金银花 提取 减压 内部沸腾

**中图分类号:**O652.1;R284.2 **文献标识码:**A **文章编号:**1005-9164(2006)01-0043-03

**Abstract:** A new method was put forward for extracting the activity components in the plant by decompressing inner ebullition. In this method, a little low boiling point solvent was first used to saturate the plant in order to make the activity components desorbed adequately, and then hot solvent was added, at the same time, the pressure of extraction was decompressing rapidly. As a result the low boiling point solvent inside the plant began to boil and the extraction was intensified. The experimental results from extracting chlorogenic acid in Flos Lonicerae indicated that the extraction ratio was 9.0% at 70℃, the content of chlorogenic acid was 18.5% in extract and two extractions need only 8 minutes. Comparison with traditional method, the temperature was 30℃ lower, the extracting speed was 11.5 times fast and the quantity of impurity was 12% lower.

**Key words:** chlorogenic acid, flos lonicerae, extraction, decompressing, inner ebullition

在植物有效成分提取过程中,操作温度是一个重要的工艺参数。在传统的水煮<sup>[1]</sup>提取工艺中,由于操作温度较高,对一部分热敏性的有效成分影响较大,提取液中淀粉、多糖、蛋白质及树脂等杂质较多,不利分离及提纯。采用醇<sup>[2~4]</sup>或有机溶剂提取,虽然操作温度较低,但溶剂消耗量大,色素等一些低分子量杂质较多。如微波<sup>[5,6]</sup>、超声波<sup>[7]</sup>及超临界流体提取<sup>[8]</sup>,由于强化内部传递过程,可在较低温度下快速提取,但需要复杂而且昂贵的提取设备。文献[9]提出采用解吸-热提两步法提取植物有效成分,但是提取过程在常压下进行,提取温度较高。本文采用减压内部沸腾法提取金银花中绿原酸。该方法首先用少量低沸点

解吸剂润湿被提取物粉末,使其中的有效成分充分解吸,然后加入一定温度的热溶剂,并迅速减压,使渗透到植物组织内部的解吸剂首先沸腾汽化,强化提取过程。该方法在70℃下,从金银花中提取绿原酸的得率为9.0%,浸膏中绿原酸含量为18.5%,提取2次共需时间8min。与传统方法相比,在提取温度减少30℃的条件下,提取速度仍然快11.5倍多,杂质提出量减少12%。减压内部沸腾法具有提取温度低、速度快,杂质含量少等优点,为后续分离与纯化打下良好基础。

## 1 实验材料和方法

### 1.1 实验材料

金银花 (*Lonicera japonica* Thumb.) 产自广西南宁市马山县。

绿原酸标准品,纯度95%,由SIGMA公司提供;95%乙醇、亚硝酸钠、硝酸铝、盐酸、氢氧化钠为分析纯。

收稿日期:2005-09-09

修回日期:2005-10-11

作者简介:郝瑞然(1979-),女,河南人,硕士研究生,主要从事天然产物研究。

\*广西大学科学技术研究重点基金项目(编号:2003 ZD05)资助。

## 1.2 实验设备

Agilent1100 高效液相色谱仪(美国安捷伦出品)、C18柱(250mm×4.0mm ID)、DF-101B 集热式恒温加热磁力搅拌器、上海亚荣 RE-52AA 型旋转蒸发仪、SHB-Ⅲ T 循环式多用真空泵(郑州长城科工贸有限公司出品)。

## 1.3 实验方法

### 1.3.1 第1次提取

称取金银花粉末10.00g 置烧瓶中,加入75%乙醇溶液16ml,25℃下解吸20min,把提取容器置于与提取温度相同的水浴中,然后快速加入180ml(水量与文献[10]相同)与提取温度相同的蒸馏水,同时减压至相应压力提取一段时间,真空过滤。

### 1.3.2 第2次提取

取第1次提取后的滤渣,按上述第1次提取方法进行第2次提取。

### 1.3.3 称量与分析

合并两次滤液,用旋转蒸发仪浓缩,再用真空干燥箱烘干得粗浸膏,取出称量及分析。分析方法采用高效液相色谱法分析<sup>[10]</sup>。

## 2 结果与分析

### 2.1 操作压力对得率的影响

图1是在热水温度为70℃、每次提取6min下,提取压力对得率的影响。从图1可以看出,在70℃提取时,最佳操作压力为-0.066MPa,压力与得率的关系曲线存在最大值。这是因为压力与溶液沸点存在对应关系,压力越高沸点越高,液体温度一定时,只要压力低于该温度对应的沸点压力,液体就会沸腾。该体系提取开始时存在2种液体,它们是物料颗粒外部的水溶液和内部的乙醇溶液,在相同温度下,乙醇溶液的沸点压力比水高。图1中,当压力较高时,物料内部乙醇不沸腾(体系无气泡产生),不能强化传质,提取不完全,得率低;压力降低到一定程度时,内部乙醇溶液开始沸腾(物料颗粒有气泡溢出),沸腾产生气泡,强化了传质,加快提取速度;继续降低压力,内部沸腾激烈,外部也开始沸腾,内部的解吸剂(乙醇溶液)逸出较快,过程短,导致提取不完全,得率下降。

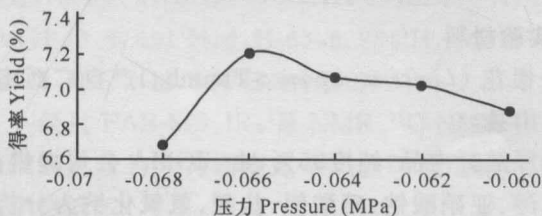


图1 压力对得率的影响

Fig. 1 The effect of pressure on yield

### 2.2 提取温度对压力对得率的影响

图2是每次提取10min时,不同提取温度对最佳压力与得率的影响。从图2可以看出,随着提取剂温度的升高,绿原酸得率增大,操作压力上升,慢慢接近常压。但是当温度增大到一定的数值(如70℃),得率变化趋于恒定。温度降低,为了实现内部沸腾最佳操作压力也降低(真空度升高),但提取得率也有一定程度下降。这是由于压力较低,沸腾时产生的气泡较大,气体在物料微孔内流动困难,导致颗粒内部沸腾不均匀,靠近表面处沸腾激烈,远离表面的核心沸腾程度低甚至不沸腾,使提取效果变差,得率下降。在保证得率的前提下,提取温度越低越好,取最佳提取温度为70℃。

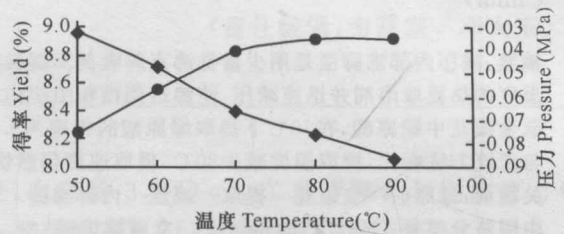


图2 水温对得率及最佳压力的影响

Fig. 2 The effect of temperature of water on yield and the opt. pressure

●: 得率 Yield, ◆: 压力 Pressure

### 2.3 提取时间对得率的影响

图3是70℃及-0.066 MPa下,每次提取时间对得率的影响。从图3可看出,得率随提取时间增加而增加,当每次提取时间达到4min(2次共8min)时,得率已接近最大值,可以认为提取过程已基本结束,再增加提取时间已没有意义。可见,虽然提取温度较低,但提取速度依然很快。最佳提取时间确定为每次4min,2次提取共8min。

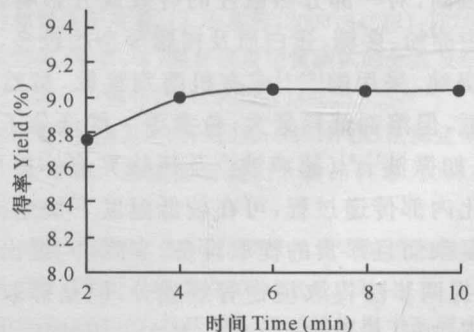


图3 时间对得率影响

Fig. 3 The effect of time on yield

### 2.4 不同方法的提取结果比较

从表1可知:(1)本方法比传统法及两步法的提取温度低30℃;(2)虽然提取温度低了30℃,但本方法的提取时间比两步法增加不多,与传统法比减少11倍多;(3)3种方法绿原酸得率基本一样,但是杂质含量

差异较大。由于传统法提取时间长温度高,常压内部沸腾提取温度也高,故杂质提出均较多。从浸膏率与浸膏绿原酸含量的比较可知,本方法杂质提取率比传统水提少12%,比两步法少3.9%。

表1 不同提取方法结果比较

Table 1 The comparison of results with different extraction methods

方法 Method	温度 Temperature (°C)	时间 time (min)	得率 Yield (%)	浸膏率 Extract content (%)	浸膏绿原 酸含量 The content of Chlorogenic Acid in extract(%)
传统法 <sup>[1]</sup> Traditional	100	100	9.1	54.2	16.7
两步法 <sup>[10]</sup> Two-step	100	6	9.1	50.4	18.1
本方法 This method	70	8	9.0	48.7	18.5

### 3 结论

(1)减压内部沸腾法提取绿原酸,在温度为70℃,压力为-0.066MPa,每次提取时间为4min的条件下,得率为9.0%,浸膏绿原酸含量为18.5%。

(2)与传统的提取方法及两步法相比,减压内部沸腾法具有提取温度低、浸膏中绿原酸含量高杂质含量小等优点;与传统法相比,减压内部沸腾法还可以大大缩短提取时间。

#### 参考文献:

[1] 林丹,赵国玲,刘佳佳.金银花不同提取方法的绿原酸比

较研究[J].天然产物研究与开发,2003,15(2):124-126.  
 [2] 邢俊波,李萍,刘云.正交实验法优选金银花中绿原酸提取工艺的研究[J].时珍国医国药,2002,13(6):321-323.  
 [3] 刘祥兰,刘重芳,张英,等.金银花中绿原酸提取工艺的比较和优化研究[J].中成药,2000,22(6):402-403.  
 [4] 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):130-132.  
 [5] PAN XUEJUN, NIU GUO GUANG, LIU HUIZHOU. Comparison of microwave-assisted extraction and conventional extraction techniques for the extraction of tanshinones from *Salvia miltiorrhiza bunge* [J]. *Biochemical Engineering Journal*, 2002, 12(1): 71-77.  
 [6] 韦藤幼,赵群莉,童张法.植物有效成分的微波预处理提取方法[P].2004.10,ZL02149695.1  
 [7] LI HUI, CHEN BO, YAO SHOUZHUO. Application of ultrasonic technique for extracting chlorogenic acid from *Eucommia ulmodies* Oliv (*E. ulmodies*) [J]. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2005, 12(4): 295-300.  
 [8] 姚育法,雷正杰,张忠义,等.超临界CO<sub>2</sub>流体萃取金银花产物的化学成分研究[J].中药材,2000,23(9):545-546.  
 [9] 赵钟兴,王飞,韦藤幼,等.解吸-热提两步法提取银杏叶中的黄酮研究[J].广西科学,2005,12(2):127-129.  
 [10] 赵钟兴,韦藤幼,郝瑞然,等.从金银花中提取绿原酸生产工艺的改进[J].时珍国医国药,2004,15(12):829-830.

(责任编辑:邓大玉)

### 新型轮状病毒疫苗效果好

轮状病毒会引起儿童以及婴幼儿持续多日的腹泻和呕吐,每年大约有60万孩子因此死亡。虽然大部分死亡病例出现在发展中国家,但即使在卫生条件良好、水质清洁的发达国家,这种疾病也有一定的发病率。

位于亚特兰大的美国疾病控制中心的 Roger Glass 和 Umesh Parashar 在研究中指出:“经过长时间的等待,(有效的)轮状病毒疫苗终于出现了。”之前由另外一家制药厂研制的疫苗在1999年被撤回,因为其存在引起孩子肠套叠的可能性,而肠套叠本身就是一种可以致命的消化道疾病。而此次 Merck 制药厂的 RotaTeq 疫苗以及 GlaxoSmithKline 制药厂的 Rotarix 疫苗,则不存在这个问题。

在两种新疫苗中, Rotarix 被认为更有效,它只需要口服2次,其间间隔1~2个月。实验中,11个拉丁美洲国家以及芬兰共6.3万幼儿服用了 Rotarix,他们中因为各种腹泻引起的住院率下降了42%。

RotaTeq 则必须要服用3次,每次间隔至少1个月以上。6.8万名不到1岁的婴儿服用后,因为腹泻引起的住院率下降了63%。而且,患儿父母为了照顾孩子而向工作单位请假的天数也减少了87%,这明显有助于减少孩子患病对家庭经济的影响。

Rotarix 可以减少85%的轮状病毒引起的严重病例,而 RotaTeq 的成功率则是98%,但是疫苗有效性的差异可能源于两项研究对于“疾病严重性”的判断标准不同。不过,这两种新疫苗都没有获得美国药监局的批准。只有 Rotarix 去年夏天在墨西哥获得了批准。

(据《科学时报》)