



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102166249 A

(43) 申请公布日 2011.08.31

(21) 申请号 201110058959.7

(22) 申请日 2011.03.11

(71) 申请人 河北科星药业有限公司

地址 050200 河北省石家庄市鹿泉高新技术
产业开发区昌盛大街 114 号

(72) 发明人 赵素娟 牛志勇 陈淑芳 王志香
王欢 郭艳玉 田会彦

(74) 专利代理机构 石家庄冀科专利商标事务所
有限公司 13108

代理人 郭绍华 李羨民

(51) Int. Cl.

A61K 36/355(2006.01)

A61P 31/04(2006.01)

A61K 127/00(2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 4 页

(54) 发明名称

从金银花叶中提取活性成分的方法

(57) 摘要

一种从金银花叶中提取活性成分的方法,它包括鲜金银花叶预处理、超临界 CO₂ 萃取、超声波强化浸提、浓缩上清液、最后制得活性成分等步骤。应用本发明方法提取金银花叶片中活性成分,其中有机物酸可达到 50% 以上,大大提高其应用价值,得到的产品可应用于制药、保健品等诸多场合。

1. 一种从金银花叶中提取活性成分的方法,其特征在于,它按如下步骤进行:

a. 鲜金银花叶预处理:将鲜金银花叶片于 45-60℃干燥 12-17 小时后,粉碎成 40-300 目的粉末,冷藏保存,备用;

b. 超临界 CO₂ 萃取:

将步骤 a 中所得粉末装入萃取釜中,萃取温度 25 ~ 35℃,萃取压力 20 ~ 60 MPa, CO₂ 流速 10 ~ 25 kg/h;

萃取物在分离釜中进行两级减压分离,一级分离釜的压力为 10 ~ 18 MPa,温度为 25 ~ 35 °C;二级分离釜压力为 5 ~ 8 MPa,温度为 25 ~ 50℃,收集产物,备用;

c. 超声波强化浸提:将步骤 b 所得产物按重量比加入 3 ~ 10 倍的提取溶剂,超声波强化浸提温度为 20 ~ 50℃,超声功率为 120 ~ 250w,超声时间为 30 ~ 60min;浸提液在 -5 ~ 0℃、以 5000 r/min 速度离心 10 ~ 20 min;

然后沉淀部分加入 3 ~ 5 倍重量比的同种溶剂,重复上述步骤;合并所得上清液,备用;

d. 浓缩上清液:将步骤 c 所得上清液在 50 ~ 60℃,0.01MPa 下减压蒸发并真空干燥得膏状物,备用;

e. 制得活性成分:将步骤 d 所得膏状物用蒸馏水进行溶解,再用酸调节 pH 值 1 ~ 7 后,上大孔吸附树脂,依次以 0.5-1.0ml/min 的流速用水、乙醇水溶液洗脱,收集乙醇洗脱液,减压回收乙醇,再用有机溶剂进行萃取,减压回收有机溶剂,最后得到活性成分。

2. 根据权利要求 1 所述从金银花叶中提取活性成分的方法,其特征在于,所述步骤 a 中冷藏温度为 0-20℃;所述步骤 c 中所述提取溶剂为无水乙醇或丙酮。

3. 根据权利要求 2 所述从金银花叶中提取活性成分的方法,其特征在于,所述步骤 e 中所述蒸馏水与膏状物的重量比 W 浸膏 :W 蒸馏水 =1 :10-25;所述调节 pH 值用酸为浓盐酸,其浓度为 30%-36.5%;所述乙醇水溶液其体积浓度为 50% ~ 90%;所述有机溶剂为乙酸乙酯、正丁醇或异戊醇。

4. 根据权利要求 3 所述从金银花叶中提取活性成分的方法,其特征在于,步骤 e 中大孔吸附树脂为 D101 大孔吸附树脂或 AB-8 大孔吸附树脂。

从金银花叶中提取活性成分的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种从中药材叶中提取活性成分的方法,尤其涉及一种从金银花叶中提取活性成分的方法。

背景技术

[0002] 金银花是一种常用中药材,其主要活性成分为绿原酸和异绿原酸,其他活性成分还有黄酮类、挥发油等,具有抑菌、抗病毒、解热、抗炎、保肝、止血、抗氧化、免疫调节等作用。几千年传统经验及近代药理实验和临床应用都证明金银花对于多种病菌有较强的抗菌作用和较好的治疗效果。

[0003] 现有技术中关于金银花活性成分和有效部位的提取,仅仅利用金银花花蕾为原料,以甲醇、乙醚或乙酸乙酯为提取溶剂,主要包括直接煎煮法、浸渍法、热回流法等,并且各种提取方法仍为传统的水提醇沉或醇提水沉,在后续处理中产生大量沉淀,不仅使得绿原酸等活性成分大量损失,还给过滤等工艺操作带来较大的困难,耗时耗能。另外,这些方法均具有提取周期长,所用溶剂具有毒性、用量大,要求温度高致使活性成分降解等诸多缺点,并且最终的目标产品提取率和回收率很低。因此传统的加工工艺没有能充分利用金银花中的活性成分,从而大大降低了其应用价值,造成很大的资源浪费。

发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题是克服现有技术之缺陷,提供一种从金银花叶中提取活性成分的方法,该方法具有工艺简单、成本低、易操作、提取物中有机酸含量高、适合工业化生产等特点。

[0005] 本发明所述技术问题是由以下技术方案实现的:

一种从金银花叶中提取活性成分的方法,它按如下步骤进行:

a. 鲜金银花叶预处理:将鲜金银花的叶片于45-60℃干燥12-17小时后,粉碎成40-300目的粉末,冷藏保存,备用;

b. 超临界CO₂萃取:

将步骤a中所得粉末装入萃取釜中,萃取温度25~35℃,萃取压力20~60 MPa,CO₂流速10~25 kg/h;

萃取物在分离釜中进行两级减压分离,一级分离釜的压力为10~18 MPa,温度为25~35℃;二级分离釜压力为5~8 MPa,温度为25~50℃,收集产物,备用;

c. 超声波强化浸提:将步骤b所得产物按重量比加入3~10倍的提取溶剂,超声波强化浸提温度为20~50℃,超声功率为120~250w,超声时间为30~60min;浸提液在-5~0℃、以5000 r/min速度离心10~20 min;

然后沉淀部分加入3~5倍重量比的提取溶剂,重复上述步骤;合并所得上清液,备用;

d. 浓缩上清液:将步骤c所得上清液在50~60℃,0.01MPa下减压蒸发并真空干燥得

膏状物,备用;

e. 制得活性成分:将步骤 d 所得膏状物用蒸馏水进行溶解,再用酸调节 pH 值为 1~7 (以便使被分离物符合大孔树脂分离要求),上大孔吸附树脂分离,依次以 0.5-1.0ml/min 的流速用水、乙醇水溶液洗脱,收集乙醇洗脱液,减压回收乙醇,再用有机溶剂进行萃取,减压回收有机溶剂,最后得到活性成分。

[0006] 上述从金银花叶中提取活性成分的方法,其中,

步骤 a 中所述冷藏温度为 0-20℃;

步骤 c 中所述提取溶剂为无水乙醇或丙酮;

步骤 e 中所述蒸馏水与膏状物的重量比 W 浸膏:W 蒸馏水=1:10-25;所述调节 pH 值用酸为浓盐酸,其浓度为 30%-36.5%;所述大孔吸附树脂为 D101 大孔吸附树脂或 AB-8 大孔吸附树脂;所述乙醇水溶液其体积浓度为 50%~90%;所述有机溶剂为乙酸乙酯、正丁醇或异戊醇。

[0007] 本发明首次提出综合利用的思想,以金银花叶片作为提取活性成分的原料,利用本发明技术可以实现金银花叶中活性成分的综合利用,拓展金银花植株的应用价值。使用本发明提取技术所得活性成分中含有两大类,一类是弱极性的脂溶性物质,如芳樟醇、双花醇、香叶醇等活性挥发油成分;另一类是绿原酸、异绿原酸、黄酮类化合物等强极性物质。利用超临界 CO₂ 萃取技术既可以使附加值高的脂溶性活性挥发油成分得到回收利用,又相当于为提取金银花叶中有机酸等活性部位进行脱脂预处理,不但有助于对金银花叶挥发油的充分利用,更有助于有机酸的后期纯化。首次运用大孔吸附树脂富集、溶剂萃取相结合的方法获得有机酸含量高于 50% 的提取物,建立了一套较为科学合理的金银花叶有机酸提取分离工艺流程。该技术减少了有机酸常规提取过程中因沉淀造成的损失,提高有机酸的回收率,使有机酸总提取率达到 1.0~3.0%;减少了有机酸常规提取液在后期过滤中的困难;在不影响有机酸总量的前提下,增加了金银花叶中芳樟醇、双花醇、香叶醇、总黄酮等的利用。该技术具有工艺简单、成本低、易操作、制取成品有机酸含量高等优点,有机酸含量高达 68%,适于工业化生产,所得活性成分可用于保健品或药品等诸多场合。

具体实施方式

[0008] 下面结合具体实施方式对本发明做一步详细说明。

[0009] 实施例 1

a. 鲜金银花叶预处理:将 500g 鲜金银花叶片于 45℃ 干燥 14 小时后,粉碎成 100 目的粉末,于 5℃ 条件下冷藏,备用;

b. 超临界 CO₂ 萃取:

将 200g 步骤 a 所得粉末装入萃取釜中,萃取温度 35℃,萃取压力 55 MPa,CO₂ 流速 15 kg/h;一级分离釜的压力为 15 MPa,温度为 35℃,二级分离釜压力为 5 MPa,温度为 50℃,收集产物,备用;

c. 超声波强化浸提:取 100g 步骤 b 所得产物,加入 1000g 无水乙醇,温度为 20℃,超声功率为 200 w,超声浸提 30 min;浸提液在 -4℃、以 5000 r/min 的速度离心 20 min;

然后沉淀部分加入 500 g 无水乙醇,重复上述提取步骤;合并所得上清液,备用;

d. 浓缩上清液:将步骤 c 所得上清液在 50℃,0.01MPa 下经过减压蒸发和真空干燥得

膏状物质, 备用;

e. 制得活性成分: 将步骤 d 所得膏状物用 50ml 蒸馏水溶解, 再用 30%–36.5% 的浓盐酸调节 pH 值 1 后, 上 D101 大孔吸附树脂, 依次以 0.5ml/min 的流速用水、90% 乙醇进行洗脱, 收集乙醇洗脱液, 减压回收乙醇, 再用乙酸乙酯进行萃取, 减压回收乙酸乙酯, 最后得到有机酸含量约为 68% 的活性成分。

[0010] 实施例 2

a. 鲜金银花叶预处理: 将 500g 鲜金银花叶片于 60℃ 干燥 12 小时后, 粉碎成 40 目的粉末, 于 10℃ 条件下冷藏, 备用;

b. 超临界 CO₂ 萃取:

将 200g 步骤 a 所得粉末装入萃取釜中, 萃取温度 25℃, 萃取压力 20 MPa, CO₂ 流速 10 kg/h; 一级分离釜的压力为 18 MPa, 温度为 25℃, 二级分离釜压力为 8MPa, 温度为 25℃, 收集产物, 备用;

c. 超声波强化浸提: 取 100g 步骤 b 所得产物, 加入 300g 无水乙醇, 温度为 50℃, 超声功率为 120w, 超声浸提 60min; 浸提液在 -5℃、以 5000 r/min 的速度离心 10 min;

然后沉淀部分加入 300g 无水乙醇, 重复上述提取步骤; 合并所得上清液, 备用;

d. 浓缩上清液: 将步骤 c 所得上清液在 60℃, 0.01MPa 下经过减压蒸发和真空干燥得膏状物质, 备用;

e. 制得活性成分: 将步骤 d 所得膏状物用 W 浸膏:W 蒸馏水 = 1:15 的蒸馏水溶解, 再用 30%–36.5% 的浓盐酸调节 pH 值 7 后, 上 AB-8 大孔吸附树脂, 依次以 1.0ml/min 的流速用水、50% 乙醇进行洗脱, 收集乙醇洗脱液, 减压回收乙醇, 再用正丁醇进行萃取, 减压回收正丁醇, 最后得到有机酸含量约为 60% 的活性成分。

[0011] 实施例 3

a. 鲜金银花叶预处理: 将 500g 鲜金银花叶片于 50℃ 干燥 17 小时后, 粉碎成 300 目的粉末, 于 -20℃ 条件下冷藏, 备用;

b. 超临界 CO₂ 萃取:

将 200g 步骤 a 所得粉末装入萃取釜中, 萃取温度 30℃, 萃取压力 60MPa, CO₂ 流速 25kg/h; 一级分离釜的压力为 10MPa, 温度为 30℃, 二级分离釜压力为 6MPa, 温度为 40℃, 收集产物, 备用;

c. 超声波强化浸提: 取 100g 步骤 b 所得产物, 加入 600g 丙酮, 温度为 40℃, 超声功率为 250w, 超声浸提 40min; 浸提液在 0℃、以 5000 r/min 的速度离心 15min;

然后沉淀部分加入 400g 丙酮, 重复上述提取步骤; 合并所得上清液, 备用;

d. 浓缩上清液: 将步骤 c 所得上清液在 55℃, 0.01MPa 下经过减压蒸发和真空干燥得膏状物质, 备用;

e. 制得活性成分: 将步骤 d 所得膏状物用 W 浸膏:W 蒸馏水 = 1:20 的蒸馏水溶解, 再用 30%–36.5% 的浓盐酸调节 pH 值 5 后, 上 AB-8 大孔吸附树脂, 依次以 1.0ml/min 的流速用水、80% 乙醇进行洗脱, 收集乙醇洗脱液, 减压回收乙醇, 再用异戊醇进行萃取, 减压回收异戊醇, 最后得到有机酸含量约为 62% 的活性成分。

[0012] 实施例 4

a. 鲜金银花叶预处理: 将 500g 鲜金银花叶片于 55℃ 干燥 16 小时后, 粉碎成 200 目的

粉末,于 0℃)条件下冷藏,备用;

b. 超临界 CO₂ 萃取:

将 200g 步骤 a 所得粉末装入萃取釜中,萃取温度 32℃,萃取压力 40MPa,CO₂ 流速 20kg/h;一级分离釜的压力为 13MPa,温度为 31℃,二级分离釜压力为 7MPa,温度为 35℃,收集产物,备用;

c. 超声波强化浸提:取 100g 步骤 b 所得产物,加入 800g 丙酮,温度为 30℃,超声功率为 150w,超声浸提 50min;浸提液在 -3℃、以 5000 r/min 的速度离心 16min;

然后沉淀部分加入 300g 丙酮,重复上述提取步骤;合并所得上清液,备用;

d. 浓缩上清液:将步骤 c 所得上清液在 60℃,0.01MPa 下经过减压蒸发和真空干燥得膏状物质,备用;

e. 制得活性成分:将步骤 d 所得膏状物用 W 浸膏:W 蒸馏水 =1:15 的蒸馏水溶解,再用 30%~36.5% 的浓盐酸调节 pH 值 3 后,上 AB-8 大孔吸附树脂,依次以 1.0ml/min 的流速用水、60% 乙醇进行洗脱,收集乙醇洗脱液,减压回收乙醇,再用异戊醇进行萃取,减压回收异戊醇,最后得到有机酸含量约为 59% 的活性成分。

[0013] 实施例 5

a. 鲜金银花叶预处理:将 500g 鲜金银花叶片于 55℃ 干燥 14 小时后,粉碎成 250 目的粉末,于 15℃ 条件下冷藏,备用;

b. 超临界 CO₂ 萃取:

将 200g 步骤 a 所得粉末装入萃取釜中,萃取温度 30℃,萃取压力 45MPa,CO₂ 流速 25kg/h;一级分离釜的压力为 15MPa,温度为 35℃,二级分离釜压力为 6MPa,温度为 45℃,收集产物,备用;

c. 超声波强化浸提:取 100g 步骤 b 所得产物,加入 700g 丙酮,温度为 35℃,超声功率为 250w,超声浸提 45min;浸提液在 -1℃、以 5000 r/min 的速度离心 17min;

然后沉淀部分加入 400g 丙酮,重复上述提取步骤;合并所得上清液,备用;

d. 浓缩上清液:将步骤 c 所得上清液在 60℃,0.01MPa 下经过减压蒸发和真空干燥得膏状物质,备用;

e. 制得活性成分:将步骤 d 所得膏状物用 W 浸膏:W 蒸馏水 =1:15 的蒸馏水溶解,再用 30%~36.5% 的浓盐酸调节 pH 值 3 后,上 D101 大孔吸附树脂,依次以 1.0ml/min 的流速用水、90% 乙醇进行洗脱,收集乙醇洗脱液,减压回收乙醇,再用异戊醇进行萃取,减压回收异戊醇,最后得到有机酸含量约为 64% 的活性成分。