

红花减压提取工艺优选

刘涛¹, 李娟², 徐玉玲^{3*}, 郭晓恒⁴

- (1. 成都大学生物产业学院中药化学实验室, 成都 610106;
2. 南京海陵中药制药工艺技术研究院有限公司, 南京 210049;
3. 成都大学实验技术中心, 成都 610106; 4. 成都大学医护学院, 成都 610106)

[摘要] 目的: 优选红花减压提取工艺参数。方法: 以羟基红花黄色素 A 的转移率和干膏率为考察指标, 采用正交试验法对加水量、真空度、提取时间及提取次数等因素进行优选, 并与常压煎煮法及文献方法进行比较。结果: 优选的减压提取工艺为加 12 倍量水提取 3 次, 每次 20 min, 系统真空为 -0.045 ~ -0.055 MPa。减压提取法优于常压煎煮法及文献方法。结论: 该优选工艺稳定, 可行。

[关键词] 红花; 减压提取法; 羟基红花黄色素 A

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)12-0054-03

Optimization of Vacuum Extraction Process for *Carthamus tinctorius*

LIU Tao¹, LI Juan², XU Yu-ling^{3*}, GUO Xiao-heng⁴

- (1. Chinese Medical Chemical Laboratory, College of Bioindustry, Chengdu University, Chengdu 610106, China;
2. Nanjing Hailing Research and Development for Chinese Traditional Medicine Co. Ltd, Nanjing 210049, China;
3. Experiment Technology Center, Chengdu University, Chengdu 610106, China;
4. College of Medical and Nursing, Chengdu University, Chengdu 610106, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize vacuum extraction process parameters of *Carthamus tinctorius*. **Method:** With transfer rate and dry extract ratio of hydroxysafflor yellow A as indexes, orthogonal test was used to investigate the amount of water, degree of vacuum, extraction time, extraction times and other factors, and compared with document method and ordinary pressure boiling method. **Result:** Optimized vacuum extraction process was: adding 12 times the amount of water to extract 3 times with 20 min each time, vacuity was -0.045-0.055 MPa. Optimized method was better than document method and ordinary pressure boiling method. **Conclusion:** Optimized process was stable and feasible.

[Key words] *Carthamus tinctorius*; vacuum extraction method; hydroxysafflor yellow A

中药提取工艺是中药生产关键工艺之一,也是中药生产现代化重点攻关的课题。目前,提取工艺按使用设备可分为煎煮浸提工艺、浸渍浸提工艺、渗漉浸提工艺及回流浸提工艺等^[1],此类工艺均在常

压下进行,存在提取效率低、破坏活性成分、夹带杂质等缺点^[2]。减压回流提取法是在常规提取器上加上真空系统,使溶剂在较低温度下沸腾,避免热敏性成分被破坏的一种新型提取方法。其原理是让提取操作处于负压状态下工作,即可将溶媒沸点降低,并维持溶媒在较低的温度下沸腾^[3-4]。

红花的主要活性成分之一是羟基红花黄色素(safflor yellow-A),是红花活血化瘀的有效成分^[5]。从红花中提取羟基红花黄色素 A 常采用煎煮法、温浸法、渗漉提取法、冷浸法等^[6],最常见的是煎煮法。由于羟基红花黄色素 A 为热不稳定物质,在常压沸腾状况下随着时间的延长,羟基红花黄色素 A

[收稿日期] 20120131(002)

[第一作者] 刘涛,博士,研究员级高级工程师,从事中成药新药开发及再评价研究, Tel:028-61302236, E-mail: liutao0578@sina.com

[通讯作者] *徐玉玲,本科,工程师,从事中成药质量研究, Tel: 028-61302236, E-mail: xuyuling19750818@sina.com

分解越多。研究中发现,在大生产过程中,红花经过常压提取其材质已煮烂,堵塞筛网,严重地影响出汁速度,导致生产工时延长,生产成本增加。本文采用正交试验法对红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,以期筛选其最佳提取工艺条件。

1 材料

2695 型高效液相色谱仪(2695 型四元梯度泵, Waters 2996 型二极管阵列检测器, Empower 色谱工作站, 美国 Waters), BP211D 型电子天平[梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司], 羟基红花黄色素 A 对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 111637-200502), 红花购自安徽亳州药材市场, 批号 110402, 经成都大学中药化学实验室刘涛鉴定为菊科植物红花 *Carthamus tinctorius* L. 的干燥花。甲醇、乙腈为色谱纯, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 羟基红花黄色素 A 的含量测定 按《中国药典》2010 版一部“红花”项下方法进行测定。

2.2 干膏率的测定 取干燥至恒重的蒸发皿, 精密加入 100 mL 药液, 水浴蒸干, 于 105 °C 烘 3 h, 干燥器中放冷后迅速精密称定质量, 计算, 即得。

2.3 减压提取工艺研究^[6] 取红花药材 200 g, 至 5 L 圆底烧瓶中减压回流提取。考察因素为真空度、提取时间、加水量及提取次数, 各因素取 3 个水平进行考察。采用 $L_9(3^4)$ 正交试验表进行试验, 因素水平见表 1。以羟基红花黄色素 A 转移率和干膏率为考察指标, 采用加权评分法进行评分, 结果见表 2, 方差分析见表 3。

表 1 红花减压提取工艺正交试验因素水平

水平	A 加水量 /倍	B 真空度 /MPa	C 提取时间 /min	D 提取次数 /次
1	12	-0.085 ~ -0.095	20	1
2	14	-0.065 ~ -0.075	40	2
3	16	-0.045 ~ -0.055	60	3

由表 2, 3 结果可知, 因素 D 对试验结果有显著性影响, 具有统计学意义。因素 A, B, C 对结果无明显影响, 结合生产实际, 确定优选工艺为 $A_1B_3C_1D_3$, 即加 12 倍量水提取 3 次, 每次 20 min, 系统真空为 -0.045 ~ -0.055 MPa。

2.4 验证及对比试验

2.4.1 减压提取 取红花药材 3 份, 每份 200 g, 分别加水 2.4 L, 在 -0.045 ~ -0.055 MPa 的条件下,

表 2 红花减压提取工艺正交试验安排

No.	A	B	C	D	转移率 /%	干膏率 /%	综合 评分
1	1	1	1	1	42.67	20.15	64.12
2	1	2	2	1	77.34	30.94	81.40
3	1	3	3	1	87.52	36.12	86.74
4	2	1	2	2	68.38	27.23	76.89
5	2	2	3	2	58.58	25.86	70.23
6	2	3	1	2	80.4	32.66	82.81
7	3	1	3	3	82.95	33.15	84.58
8	3	2	1	3	85.54	34.21	86.09
9	3	3	2	3	61.94	22.83	76.02
K_1	232.26	225.59	222.95	210.37			
K_2	229.93	237.72	244.38	248.79			
K_3	246.69	245.57	241.55	249.72			
R	16.76	19.98	21.43	39.35			

注: 综合评分 = (70/最大转移率) × 转移率 + (30/出膏率) × 最小出膏率(羟基红花黄色素 A 提取转移率和出膏率加权系数分别为 0.7, 0.3)。

表 3 综合评分方差分析

方差来源	SS	f	S	F	P
A	54.950	2	27.475	3.899	
B	67.551	2	33.776	4.793	
C(误差)	14.094	2	11.312	1.000	
D	336.154	2	168.077	23.852	<0.05

注: $F_{0.05}(2, 2) = 19$ 。

提取 3 次, 每次 20 min, 合并提取液, 测定羟基红花黄色素 A 转移率及干膏率。

2.4.2 常压煎煮法 在常压条件下, 称取红花药材 200 g, 加水 2 400 mL, 煎煮提取 3 次, 每次 20 min, 合并提取液, 测定羟基红花黄色素 A 转移率及干膏率。

2.4.3 文献方法^[6] 称取红花药材 200 g, 加水 4 000 mL, 在 40 °C 下浸提 2 次, 浸提时间分别为 12, 4 h, 过滤, 合并滤液测定羟基红花黄色素 A 转移率及干膏率。

减压提取 3 次验证试验中转移率和出膏率 RSD 分别为 1.56%, 2.26%, 说明工艺稳定, 可行; 与传统煎煮提取法及文献方法比较, 减压提取在有效成分的转移率, 干膏率, 提取时间及药渣状态等指标方面均具有一定优势, 说明该提取方法可行。见表 4。

正交试验优选香草固齿酊的提取工艺

王岩, 吴淑媛, 廖祈祈, 林丽珍, 郭小媚, 谢谦*
(广东药学院, 广州 510006)

[摘要] 目的: 优选香草固齿酊的提取工艺。方法: 采用乙醇渗漉法, 以提取液中 α -香附酮、螞蟥菊内酯的含量及干膏得率为指标, 采用 HPLC 测定含量, 烘干法测定浸膏得率, 正交试验优选提取工艺条件, 对乙醇体积分数、浸渍时间等因素进行考察。结果: 最佳提取工艺为 60% 乙醇浸渍渗漉 24 h, 流速 $5 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 。结论: 该优选工艺稳定可行, 适用于工业化生产。

[关键词] 香草固齿酊; α -香附酮; 螞蟥菊内酯; 正交试验

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)12-0056-04

Optimization of Extraction Technology for Xiangcao Guchi Tincture by Orthogonal Test

WANG Yan, WU Shu-yuan, LIAO Qi-qi, LIN Li-zhen, GUO Xiao-mei, XIE Qian*
(Guangdong Pharmaceutical University, Guangzhou 510006, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize extraction technology of Xiangcao Guchi tincture. **Method:** Using the content of α -cyperone and wedelolactone in extraction liquid and yield of dry extract as indexes, the content of them were determined by HPLC, yield of extract was determined by baking method, ethanol percolation method was

[收稿日期] 20120121(005)

[基金项目] 广东省中医药局科研基金(2010202)

[第一作者] 王岩, 博士, 从事药物新剂型与质量控制研究, Tel: 020-39352169, E-mail: ydpuwy@126.com

[通讯作者] * 谢谦, 讲师, 从事牙周炎的药物治疗研究, E-mail: xq_zsu@163.com

表4 红花提取工艺验证及对比

工艺	转移率 /%	干膏率 /%	提取时间 /min	药渣性状
减压提取	86.67	28.01	60	基本完好, 少数破烂
常压煎煮	66.79	40.19	60	烂泥状
文献方法	90.72	36.56	960	泥状

3 讨论

减压提取过程中, 提取溶媒蒸气可能会被真空泵吸入, 故操作时应注意在保证真空参数的条件下, 减少溶媒损失, 试验中可在接入真空泵的接口处连接一个活塞, 当真空稳定在上述范围时关闭, 降低接近下限时将其打开。实验室操作参数在应用于大生产前, 应根据实际生产设备要求进行中试及验证试验, 以确保参数的准确性和可行性。本工艺可用于红花等在提取过程中质碎易烂的药材提取, 以降低在大生产过程中药渣堵筛现象的发生率, 从而减少

工时, 节约生产成本。

[参考文献]

- [1] 张素萍. 中药制药生产技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2011: 59.
- [2] 徐连明, 徐桂红, 王振中, 等. 金银花减压提取工艺研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(5): 31.
- [3] 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.
- [4] 陈晓东, 肖莹. 中药减压提取的实验方法[J]. 机电信息, 2006(17): 29.
- [5] 王若菁, 杨滨. 红花的化学成分及质量标准研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志, 2007, 13(5): 65.
- [6] 罗晶, 黄宇玫, 曾文雪. 红花中羟基红花黄色素 A 的提取工艺及其热稳定性研究[J]. 江西中医学院学报, 2009, 21(5): 39.

[责任编辑 全燕]