

Study on the Process of Extraction of Dried Citrus Peel from Liquor of Agastachis

Jing Wang*, Wei Chen, Fei Hong

Zhangzhou Pien Tze Huang Pharmaceutical Co., Ltd., Zhangzhou
Email: wj1207bucm@163.com

Received: Sep. 24th, 2014; revised: Oct. 22nd, 2014; accepted: Nov. 2nd, 2014

Copyright © 2014 by authors and Hans Publishers Inc.
This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).
<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

Abstract

Through the fineness of extraction method and extraction temperature, soaking time, a series of studies, dried citrus peel of liquor of Agastachis extraction process was improved to increase the effective components of hesperidin extracted from liquor of Agastachis.

Keywords

Agastachis, Dried Tangerine, Extraction Process

藿香正气水陈皮提取工艺的优化研究

王 婧*, 陈 巍, 洪 绯

漳州片仔癀药业股份有限公司, 漳州
Email: wj1207bucm@163.com

收稿日期: 2014年9月24日; 修回日期: 2014年10月22日; 录用日期: 2014年11月2日

摘 要

通过细度、浸泡时间、提取方法及提取温度一系列研究, 对藿香正气水中陈皮的提取工艺进行改进, 提高藿香正气水有效成分橙皮苷的提取率。

*通讯作者。

关键词

藿香正气水, 陈皮, 提取工艺

1. 引言

藿香正气水为《中国药典》2010年版一部收录的品种, 具有解表化湿, 理气和中的功效, 用于外感风寒、内伤湿滞或夏伤暑湿所致的感冒, 症见头痛昏重、胸膈痞闷、脘腹胀痛、呕吐泄泻; 胃肠型感冒见上述症候者[1]。在成品检测中, 标准要求每 1 ml 含陈皮以橙皮苷($C_{28}H_{34}O_{15}$)计, 不得少于 0.18 mg。

陈皮为芸香科植物橘 *Citrus reticulata* Blanco 及其栽培变种的干燥成熟果皮, 具有理气健脾, 燥湿化痰的功效, 用于脘腹长满, 食少吐泻, 咳嗽痰多[2]。在许多中药复方制剂中均有该成分, 用途较为广泛, 制剂工艺各不相同。本文在藿香正气水原有工艺的基础上, 开展相关实验研究, 从细度的筛选、浸泡时间、提取方法及提取温度四个方面进行考察, 选择最佳的提取工艺, 从而提高藿香正气水中有效成分橙皮苷的转移率。

2. 材料与仪器

2.1. 原辅料

陈皮(南靖靖城)、苍术(安国市普阳药材有限公司)、乙醇(湛江市裕海贸易部)。

2.2. 主要仪器和设备

TC-30 K-V 型电子天平(常熟双杰测试仪器厂), 数显六联电动升降搅拌器(苏州威尔实验用品有限公司), 数显恒温水浴锅(金坛市江南仪器厂), 酒精计, 温度计, Agilent 高效液相色谱仪。

3. 实验方法与结果

3.1. 样品制备

3.1.1. 不同细度对橙皮苷转移率的影响试验[3]

取陈皮原药材除去杂质, 低温干燥, 粉碎成粗颗粒后分别经 6 目的筛网与 8 目的筛网。称取两种不同细度的陈皮各两份, 分别加入等量 60% 的乙醇, 密闭浸渍 24 小时后进行渗漉, 收集等量的渗漉液, 备用。继续渗漉, 各收集等量续漉液, 浓缩至一定体积后分别并入初漉液中, 得样品 1、样品 2、样品 3、样品 4。检测各样品橙皮苷含量。

3.1.2. 不同浸泡时间对橙皮苷转移率的影响试验[4]

称取相同细度的陈皮 6 份, 分别加入等量 60% 的乙醇, 密闭, 浸泡。每两份为一组(共三组), 第一组浸泡时间为 16 小时, 第二组浸泡时间为 24 小时, 第三组浸泡时间为 48 小时。渗漉, 收集等量的渗漉液, 备用。继续渗漉, 各收集等量续漉液, 浓缩至一定体积后分别并入初漉液中, 得样品 5、样品 6、样品 7、样品 8、样品 9、样品 10。检测各样品橙皮苷含量。

3.1.3. 不同环境温度提取对橙皮苷转移率的影响试验[5]

称取相同细度的陈皮 4 份, 分别加入等量 60% 的乙醇, 密闭, 浸渍 24 小时。每两份分为一组(共两组), 第一组于 20℃ 的环境中渗漉, 第二组于 35℃~40℃ 的环境中渗漉, 收集等量的渗漉液, 备用。继续渗漉, 各收集等量续漉液, 浓缩至一定体积后分别并入初漉液, 得样品 11、样品 12、样品 12、样品 14。

检测各样品橙皮苷含量。

3.1.4. 不同提取方法对橙皮苷转移率的影响试验

称取相同细度的陈皮 6 份, 两份为一组(共三组), 称取苍术 2 份, 分别与第一组的 2 份陈皮混合, 加入等量 60% 的乙醇, 密闭浸渍 24 小时, 第二组和第三组每份各加入等量 60% 的乙醇, 密闭浸渍 24 小时, 渗漉, 收集等量的渗漉液, 备用。继续渗漉, 各收集等量续漉液, 浓缩至一定体积后分别并入初漉液, 得样品 15、样品 16、样品 17、样品 18、样品 19、样品 20。检测各样品橙皮苷含量。

3.2. 橙皮苷含量测定

照高效液相色谱法[3]测定。

3.2.1. 色谱条件与系统适用性试验

以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以乙腈—0.05% mol/L 磷酸二氢钠溶液(用磷酸调节 PH 值至 3.0)(20: 80)为流动相; 检测波长 284 nm。理论板数按橙皮苷峰计算应不低于 5000。

3.2.2. 对照品溶液的制备

取橙皮苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1 ml 含 60 ug 的溶液, 即得。

3.2.3. 供试品溶液的制备

精密量取本品 10 ml, 置 25 ml 量瓶中, 加 50% 乙醇适量, 振摇, 用 50% 乙醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

3.2.4. 测定法

分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

3.3. 结果

2010 年版《中国药典》规定陈皮药材中橙皮苷含量不得少于 3.5%。根据各组实验检测数据, 计算各样品的橙皮苷转移率。

3.3.1. 细度考察

陈皮细度对橙皮苷转移率的影响考察结果见表 1。

表 1 表明, 陈皮经过 8 目的筛网后的提取液中橙皮苷转移率较过 6 目筛的陈皮提取橙皮苷转移率高。

3.3.2. 浸泡时间考察

陈皮浸泡时间对橙皮苷转移率的影响考察结果见表 2。

Table 1. Results of the fineness test

表1. 细度考察实验结果

平行样	样品编号	陈皮药材(160 g)		提取液		橙皮苷转移率	平均转移率
		状态	橙皮苷含量	总体积	橙皮苷含量		
6 目-1	样品 1	过 6 目的筛网	6.2%(62 mg/g)	440 ml	0.80 mg/ml	3.55%	3.53%
6 目-2	样品 2			425 ml	0.82 mg/ml	3.51%	
8 目-1	样品 3	过 8 目的筛网	6.2%(62 mg/g)	430 ml	0.92 mg/ml	3.99%	4.08%
8 目-2	样品 4			435 ml	0.95 mg/ml	4.17%	

表 2 表明, 陈皮药材浸泡 48 h 后提取所得的橙皮苷转移率略高于浸泡 16 h 与 24 h 的陈皮提取转移率。

3.3.3. 环境温度考察

环境温度对陈皮橙皮苷转移率的影响考察结果见表 3。

表 3 表明, 陈皮在 35℃~40℃的环境中提取比在 20℃的环境中橙皮苷提取率高。

3.3.4. 提取方法考察

提取方法对陈皮橙皮苷转移率的影响考察结果见表 4。

表 4 表明, 陈皮与苍术混合提取橙皮苷转移率较陈皮单独提取的转移率高。其中, 陈皮单独提取 3

Table 2. Results of the soaking time test
表2. 浸泡时间考察实验结果

平行样	样品编号	陈皮药材		提取液		橙皮苷转移率	平均转移率
		浸泡时间	橙皮苷含量	总体积	橙皮苷含量		
16 h-1	样品 3	16 小时	6.2%(62 mg/g)	415 ml	0.93 mg/ml	3.89%	3.87%
16 h-2	样品 4			420 ml	0.91 mg/ml	3.85%	
24 h-1	样品 5	24 小时		420 ml	0.92 mg/ml	3.90%	
24 h-2	样品 6			425 ml	0.90 mg/ml	3.86%	
48 h-1	样品 7	48 小时		440 ml	0.91 mg/ml	4.04%	
48 h-2	样品 8			430 ml	0.92 mg/ml	4.00%	

Table 3. Results of the ambient temperature test
表3. 环境温度考察实验结果

平行样	样品编号	陈皮药材		提取液		橙皮苷转移率	平均转移率
		提取环境温度	橙皮苷含量	总体积	橙皮苷含量		
35℃-1	样品 9	35℃~40℃	6.2% (62 mg/g)	450 m	0.96 mg/ml	4.35%	4.40%
35℃-2	样品 10			450 ml	0.98 mg/ml	4.44%	
20℃-1	样品 11	20℃		435 ml	0.89 mg/ml	3.90%	
20℃-2	样品 12			445 ml	0.86 mg/ml	3.86%	

Table 4. Results of the extraction methods test
表4. 提取方法考察实验结果

平行样	样品编号	陈皮药材		提取液		橙皮苷转移率	平均转移率
		提取方法	橙皮苷含量	总体积	橙皮苷含量		
混提-1	样品 13	与苍术粉同时 混合提取 2 遍	6.2%(62 mg/g)	780 ml	0.78 mg/ml	6.13%	6.13%
混提-2	样品 14			800 ml	0.76 mg/ml	6.13%	
单提 2 遍-1	样品 15	单独提取 2 遍		435 ml	0.85 mg/ml	3.73%	3.75%
单提 2 遍-2	样品 16			425 ml	0.88 mg/ml	3.77%	
单提 3 遍-1	样品 17	单独提取 3 遍		490 ml	0.85 mg/ml	4.20%	4.20%
单提 3 遍-2	样品 18			490 ml	0.85 mg/ml	4.20%	

遍比单独提取 2 遍的橙皮苷提取率高。(单提 3 遍的加醇量比混提和单提 2 遍的多 265 ml)

4. 结论

从实验结果可看出：1) 从细度上，在一定范围内，前处理中陈皮过筛数目越大，其提取所得的橙皮苷含量越高。2) 从浸泡时间上，陈皮先浸泡 16 小时后提取与浸泡 24 小时后提取所得的橙皮苷含量无明显差别，而浸泡 48 小时提取所得的橙皮苷含量略高。3) 从提取温度上，在一定范围内，陈皮在较高温度环境中提取所得的橙皮苷含量高于在较低温度的环境中提取。4) 从提取方法上，陈皮与苍术混合提取所得的橙皮苷含量明显高于单独提取所得的含量。

研究表明，陈皮在藿香正气水提取上较优方法为：陈皮除去杂质，低温干燥，粉碎成粗颗粒后过 8 目的筛网，用 60% 乙醇先浸泡 48 小时，后于 35℃~40℃ 的环境中与苍术混合提取。该方法提取所得的橙皮苷转移率较高，产品质量稳定。

参考文献 (References)

- [1] 国家药典委员会 (2010) 中华人民共和国药典. 2010 年版(一部). 化学工业出版社, 北京, 1233-1234.
- [2] 国家药典委员会 (2010) 中华人民共和国药典. 2010 年版(一部). 化学工业出版社, 北京, 176-177.
- [3] 国家药典委员会 (2010) 中华人民共和国药典. 2010 年版(一部). 化学工业出版社, 北京, 附录 VI D.
- [4] 梁开玉, 罗启波, 喻梅 (2004) 从陈皮中提取橙皮苷工艺研究. *重庆工商大学学报(自然科学版)*, **1**, 19-21.
- [5] 周建国, 邵青, 陈柳蓉 (1998) 陈皮提取工艺的优化选择. *中国现代应用药学杂志*, **2**, 17.