

# 银杏叶提取物的生产工艺条件研究

秦岭植物开发研究所(宝鸡 721703) 陈冲\*

上海医药工业研究院 罗思齐

**摘要** 银杏叶以65%乙醇回流提取,减压浓缩,ZTC澄清剂沉降,酸性吸附,酸水和酸性25%乙醇洗涤,70%乙醇洗脱,喷雾干燥,加入由沉降残渣中分离的银杏总内酯,可以得到质量合格而稳定的银杏叶提取物(GBE),其黄酮和内酯含量分别达到26%和6%以上。

**关键词** 银杏黄酮 内酯 提取 澄清剂 大孔树脂

银杏(*Ginkgo biloba* L.)叶提取物(GBE)主要含黄酮、内酯两类活性成分。黄酮以山柰酚(kaempferal),槲皮素(quercetin),异鼠李素(isorhamnetin)的甙类化合物为主;内酯以白果内酯(bilobalide)及银杏内酯A,B,C(ginkgolide A,B,C)为主。

GBE能够扩张冠脉血管,增加心脑血管流量,拮抗PAF<sup>[1]</sup>,可用于治疗由于血管老化、脑血管供血不足所致的外周循环不良、眩晕、耳鸣、头痛、失眠、短期性记忆不良,听力障碍、精神不振等<sup>[2]</sup>。有关GBE的提取工艺方法已有较多报道<sup>[3~5]</sup>。作者结合生产实际,对提取的工艺条件做了多方面的试验研究,以求得到质量和收率稳定的产品。

采用ZTC澄清剂沉降,酸性条件下吸附,不同溶剂和不同浓度溶剂洗涤和洗脱,树脂定期再生,GBE成品的黄酮含量平均稳定在26%以上,内酯稳定在6%以上。

## 1 仪器设备:

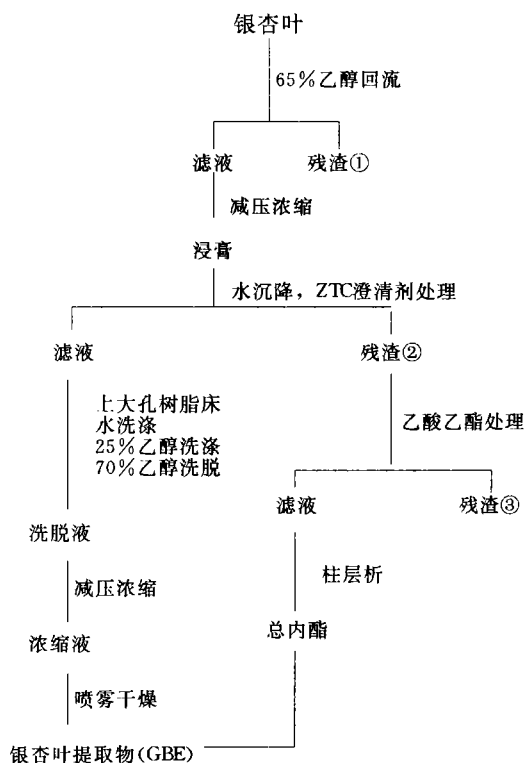
1.1 仪器设备:HPLC Waters 600-E, 3m<sup>3</sup> 不锈钢提取罐, JN-500 不锈钢真空浓缩罐, 500 L 不锈钢沉降槽, T-M-S-3 板框压滤机, 1 m<sup>3</sup> 不锈钢吸附床, NZ 80 真空浓缩罐。

1.2 材料:乙醇为食品一级,大孔树脂 DM-130(山东鲁抗医药股份有限公司树脂分厂), ZTC天然澄清剂(天津正天成澄清技术有限

公司),试剂为分析纯。银杏叶采于秦岭西段南坡凤州。

## 2 方法和结果

### 2.1 提取工艺流程:



2.2 提取:银杏叶阴干粉碎,以65%乙醇回流提取3次,每次1.5 h。提取液60℃减压浓缩成浸膏,加水沉降3次,每次加水量分别为

\* Address: Chen Chong, Qinling Institute of Plant Development, Baoji

陈冲,男,46岁,西安中秦植物制品开发公司总工程师,西安市中青年有突出贡献专家。徒步考察秦岭巴山、神农架野生植物资源,采集标本3千余,历时5年。设计创办、协办植物化工厂5家,开发植物化工新产品20余个及新工艺,新技术50余项,如紫杉醇,10-脱乙酰巴卡丁-3,高三尖杉酯碱, $\alpha$ -育享宾,长春新碱,10-羟基树碱,葛根素等。盐酸青藤碱工艺和新用途获国家专利,西安市科技进步二等奖。出版的著作有《植物化工工艺学》。

银杏叶浸膏体积的6倍、2倍和1倍。前两次的沉降液上大孔树脂柱吸附,后一次则套入下一批沉降。各次沉降液的产品(GBE)收率和黄酮含量见表1。

**表1 不同沉降次数的产品(GBE)收率和黄酮含量比较**

沉降次数	产品的黄酮含量(%)	沉降液的产品收率(%)
第1次	27.5	1.30
第2次	26.4	0.45
第3次	22.3	0.21

第1次沉降加ZTC澄清剂,第2、3次沉降只加水。取ZTC-A I用水溶解成1%溶液,溶胀24h。另取ZTC-B I用1%乙酸溶解成1%溶液,溶胀24h。先于待沉降液中加入其体积2%的1%ZTC-A I溶液,搅匀30min后再加入等量的1%ZTC-B I溶液,搅匀30min,升温至40℃,搅匀30min,静置8h后虹吸过滤得红棕色澄清液体。

沉降后的水不溶残渣用少量甲醇溶解成稠浸膏后,加乙酸乙酯沉降3次,滤取乙酸乙酯溶出液,浓缩后柱层析分离白果内酯和银杏内酯。将所得总内酯结晶合并,最后加入GBE成品干粉中。

**2.3 吸附:**取DM-130大孔树脂先用8%氢氧化钠溶液冷浸3d,水洗至中性,再用6%盐酸冷浸1d,水洗至中性,然后用95%乙醇浸泡5d,回收乙醇,水洗去尽乙醇后,装入吸附床备用。

按树脂重量的4倍取用水沉降液,加盐酸调pH=3,上吸附床,待液全部流过后,用pH=3的水洗涤树脂,用量为树脂重量的13倍,再加入pH=3的25%乙醇洗涤,用量为树脂重量的7.5倍,流干洗涤液,然后加70%乙醇洗脱。

70%乙醇洗脱液用10%氢氧化钠液回调pH=5~6,60℃减压浓缩后喷雾干燥,加入内酯结晶混合均匀即得成品,黄酮含量26%以上,总内酯含量6%以上。

树脂再用90%乙醇洗至洗液无色后流干,用水洗尽乙醇即可供重复使用。吸附5次

后的树脂再用8%氢氧化钠液再生。

#### 2.4 生产过程中的TLC检查

**黄酮:**硅胶G+0.5%CMC制备薄板,110℃活化90min,展开剂为氯仿-甲醇-乙酸乙酯(2:1:1),喷5%三氯化铝乙醇溶液,热风吹干后365nm荧光灯下检查。

**内酯:**硅胶G+0.5%CMC制备薄板,110℃活化90min,展开剂为甲苯-丙酮(7:3),展开后吹干,先喷水定位白色斑点,再用强热风加热30min,于荧光灯下365nm和254nm波长下观察内酯斑点。

银杏黄酮和内酯的含量分别参考文献<sup>[6,7]</sup>方法进行测定。

#### 2.5 不同工艺条件下成品中的黄酮含量变化和收率:见下表。

**表2 酸性吸附和中性吸附的吸附量和产品中黄酮含量比较**

吸附液pH	吸附量(大孔树脂重量的倍量)	黄酮含量%
7	0.4~0.6	20.4
5~7	0.6~0.8	23.9
3~4	2~4	27.6

**表3 洗涤液用量对产品中黄酮含量影响**

水洗数量 (树脂重量倍数)	黄酮含 量(%)	25%乙醇 (树脂重量倍数)	黄酮含 量(%)	收率 (%)
4	13.2	2	4.12	1.95
8	14.5	4	7.23	1.84
10	23.1	6	19.4	1.80
12	26.5	7	26.3	1.79
14	26.8	8	27.3	1.43
16	26.3	9	27.1	1.01

注:水洗液中未检出黄酮

**表4 不同浓度乙醇洗涤对产品中黄酮含量和收率的影响**

乙醇浓度 %	黄酮含量 %	洗涤液中黄酮 含量%	(对银杏叶) 收率%
10	6.2	0	1.96
15	16.7	0	1.87
20	24.1	0.46	1.67
25	26.6	0.46	1.75
30	26.3	1.87	0.44
40	26.6	14.42	0.21

**表 5 大孔树脂吸附次数及干燥方法对产品中黄酮含量的影响**

干燥方法	黄酮含量%	吸附次数	黄酮含量%
80℃ 4 h 常压烘干	12.7	第 1 次	29.3
70℃ 7 h 常压烘干	16.4	第 2 次	29.0
60℃ 2 h 真空烘干	24.0	第 3 次	26.4
喷雾干燥:进口 370℃,出口 90℃	26.4	第 4 次	24.2
喷雾干燥:进口 200℃,出口 80℃	27.5	第 5 次	23.6
喷雾干燥:进口 180℃,出口 80℃	27.6	第 6 次	14.1

**表 6 残渣和废液中黄酮和内酯含量**

名称	黄酮含量%	内酯含量%
银杏叶原料残渣①	0.02	0.01
提取内酯后的残渣②	0.15	0.01
吸附过的水沉液	0	0
水洗液	0	0
25%乙醇洗涤液	0.46	0
90%乙醇洗涤液	0.07	0.86

### 3 结论

银杏叶用 65%乙醇回流提取,减压浓缩,加 ZTC 澄清剂水沉降,前两次的沉降液

上大孔树脂吸附,第 3 次的沉降液下批套用沉降,由水沉残渣中分离内酯,然后加入产品中。

水沉降液采用 pH=3 酸性吸附,pH=3 的水洗涤 13 倍量,pH=3 的 25%乙醇洗涤 7.5 倍量(均按大孔树脂的重量计),然后用 70%乙醇洗脱,减压浓缩,喷雾干燥(干燥塔进口温度 200℃,出口温度 80℃),最后加入银杏内酯可以得到淡黄色的银杏叶提取物(GBE),其黄酮含量稳定在 26%以上,内酯含量稳定在 6%以上。

### 参 考 文 献

- 1 游松,等.沈阳药学院学报,1988,5(2):142
- 2 Stiche,O. Planta Med,1993,59(1):2
- 3 肖顺昌,等.中国医药工业,1990,21(8):340
- 4 刘重芳,等.中成药,1992,14(7):7
- 5 王晓伟.现代应用药学,1991,8(5):39
- 6 陶巧凤,等.中成药,1993,15(12):14
- 7 虞杏英,等.药物分析杂志,1993,13(2):85

(1997-03-17 收稿)

## Studies on the Productive Technology of Ginkgo(*Ginkgo biloba*)Extract

Chen Chong, Luo Siqi

Technical conditions for the preparation of *Ginkgo biloba* extract are optimized. The leaves of *G. biloba* are extracted with 65% ethanol under reflux. The concentrated extract is then treated with water, clarified and then filtered. The necessary components in the filtrate are adsorbed on macro reticular resin, and eluted with 70% ethanol. The alcoholic eluate after concentration, was spray dried and *G. biloba* lactones which have been prepared from the residue during clarifier treatment by means of column chromatography was added to give the final *G. biloba* extract with a flavonoid content >26% and lactone content >6%.

### 新 书 介 绍

近期由辽宁科技出版社出版的《中草药及其制剂质量分析方法》新书,系统介绍了中草药及其制剂分析中的常用方法,包括高效液相色谱法,气相色谱法,薄层扫描法等,并对这些方法的基本原理、操作条件、定性和定量分析的程度进行了详细的论述。各论介绍了 200 种单味药及其制剂的含量测定方法,是从事中医中药科研、生产、临床特别是开发的工作人员较好的一本工具参考书。

本书作者赵余庆,男,40 岁,现任辽宁中医学院教授,《中草药》杂志副主任编委。从事天然药物研究近二十年,在国内外刊物发表学术论文 50 余篇,出版专著三部。该书是作者结合本人多年研究经验编写而成。

本书分精装与简装两种。精装定价 26.00 元,简装定价 19.80 元,另加邮费 5 元,欲购者请将书款寄至:110003 沈阳市和平区文化路 41 号沈阳飞龙保健品有限公司科技发展中心 王月敏收,款到即寄书。

### 通 告

经研究决定,增补杨世林研究员为《中草药》杂志第五届编委会委员。

《中草药》杂志第五届编委会 1997-07-04