Effects of different extraction methods on the purity and active ingredients of the borneol

Jing Zheng¹ Wei Chen* Wentao Ding² Bin Chen³ Wenlian Zhou⁴

Zhejiang Zhengrong Spice Co., Ltd., Quzhou, Zhejiang, 324300, China

Abstract

As a kind of traditional Chinese medicine, borneol is widely used in the clinical practice of traditional Chinese medicine and modern pharmaceutical industry because of its unique pharmacological activity. Different extraction methods have a significant impact on the purity of the borneol and the retention rate of its active ingredients, which is directly related to their efficacy and application value. The paper studied the extraction method, solvent extraction method and microwave assisted extraction method from the extraction process, purity control and retention ratio. On this basis, a optimization of extraction process parameters and new green extraction technologies are explored to improve the purity of borneol and realize the maximum retention of active ingredients. The results show that different extraction methods have significant differences in extraction efficiency, composition stability, and impurity control, and optimizing the extraction technology is important for improving the quality of borneol products and pharmaceutical effect.

Keywords

borneol extract; purity analysis; active ingredient; extraction method; technical optimization

不同提取方法对冰片纯度和活性成分的影响

郑璟 陈渭* 丁文涛 陈斌 周文莲

浙江正荣香料有限公司, 中国·浙江衢州 324300

摘要

冰片作为一种传统中药材,因其具有独特的药理活性而被广泛应用于中医临床及现代制药工业中。不同的提取方法对冰片的纯度及其活性成分的保持率具有显著影响,直接关系到其药效与应用价值。本文系统研究了水蒸气蒸馏法、超临界流体萃取法、溶剂提取法、微波辅助提取法等多种提取方法,从提取工艺、纯度控制、活性成分保持率等方面进行了全面比较分析。在此基础上,探索了多种提取工艺参数优化及新型绿色提取技术,以实现冰片纯度的提升和活性成分的最大化保留。研究表明,不同提取方法在提取效率、成分稳定性、杂质控制等方面存在显著差异,优化提取技术对于提升冰片产品质量和制药效果具有重要意义。

关键词

冰片提取; 纯度分析; 活性成分; 提取方法; 技术优化

1 引言

冰片作为传统中药材,因其清热解毒、开窍醒神等显著药理作用而被广泛应用于多种中成药制剂中。在现代医学领域,冰片因其优良的抗炎、抗菌、镇痛及促进药物渗透等生物活性,越来越受到制药工业的重视。然而,不同的提取方法可能导致冰片纯度和活性成分保持率的显著差异,直接影响到药物的疗效与安全性。现有研究表明,传统的水蒸气蒸馏法、溶剂提取法在冰片提取过程中存在提取率低、活性

成分易损失、杂质较多等问题。为了提升冰片产品质量,实现活性成分的高效提取,有必要对现有提取技术进行系统比较与优化。本研究通过分析不同提取方法对冰片纯度及活性成分的影响,为中药材的现代化开发和高质量应用提供理论依据和技术支持。

2 冰片提取方法概述

冰片的提取方法多种多样,不同方法在提取效率、纯度控制和活性成分保持率方面各具特点。水蒸气蒸馏法是一种传统提取方法,利用冰片在高温水蒸气中的挥发性实现分离,操作简单但易导致热敏成分降解。超临界流体萃取法通过超临界状态的流体作为溶剂,在低温、无氧环境下高效提取活性成分,具有较好的选择性和较高的纯度。溶剂提取法通过有机溶剂溶解冰片中的活性成分,方法灵活但溶剂残留问题需控制。微波辅助提取法利用微波加热快速提升分子活

【作者简介】郑璟(1985-),女,中国浙江开化人,助理工程师,从事林产化工研究。

【通讯作者】陈渭(1985-),男,中国浙江开化人,本科,工程师,从事林产化工研究。

性,从而缩短提取时间,保持成分稳定性。近年来,新型绿色提取技术如超声波辅助、酶解提取等也逐渐应用于冰片提取领域,不仅提升了纯度,还实现了环境友好和资源高效利用。

3 不同提取方法对冰片纯度的影响

3.1 提取方法对冰片纯度的影响机制

冰片的纯度受提取方法的选择及操作条件的显著影响,不同方法通过不同的物理或化学机制影响冰片中有效成分与杂质的分离效果。水蒸气蒸馏法依靠冰片在高温水蒸气中的挥发性进行分离,但高温可能导致部分成分降解或杂质夹带超标,影响纯度。超临界流体萃取法利用超临界状态流体的高扩散性与溶解力,通过调控温度和压力实现选择性提取,有助于提升纯度。溶剂提取法的纯度受溶剂极性、萃取时间和温度等因素的影响,若溶剂选择不当可能引入杂质或残留溶剂。

3.2 纯度评估方法及实验设计

冰片纯度的评估通常采用多种现代分析手段,包括气相色谱法(GC)、高效液相色谱法(HPLC)、紫外分光光度法(UV-Vis)以及质谱分析法(MS)。气相色谱法通过对冰片中挥发性成分进行分离和定量分析,能够准确评估纯度及杂质含量。高效液相色谱法适用于多种活性成分的检测,能够提供更高的分辨率和准确性。在实验设计中,通过设定不同提取方法、控制提取温度、时间、溶剂种类等变量,获取不同提取样品,结合标准品比对进行定量分析。实验中注重重复性和数据的可比性,以确保评估结果的可靠性和科学性。

3.3 各提取方法在纯度上的比较分析

通过实验分析不同提取方法对冰片纯度的影响,可以发现各方法在提取效率和纯度提升方面表现差异显著。水蒸气蒸馏法因高温易导致部分活性成分降解,杂质难以完全分离,提取物纯度相对较低。超临界流体萃取法因其选择性较强,能够有效避免杂质共提取,得到的冰片纯度较高。溶剂提取法在合适的溶剂选择和工艺参数控制下可以达到较高纯度,但需严格控制溶剂残留以免影响产品质量。微波辅助提取法通过快速加热和分子活化机制,在保持活性成分稳定的同时,有效提升了提取纯度。

4 不同提取方法对冰片活性成分的影响

4.1 活性成分的种类与定量分析方法

冰片的主要活性成分包括龙脑、樟脑和一些挥发性萜类化合物,通过高效液相色谱法(HPLC)、气相色谱-质谱联用法(GC-MS)以及紫外分光光度法(UV-Vis)等方法可以准确定量分析这些成分的含量。研究表明,优质冰片中的龙脑含量通常在60%以上,樟脑含量为10%~15%,其他挥发性成分占比约5%。通过GC-MS分析水蒸气蒸馏法提取的冰片样品,龙脑含量为48%,溶剂提取法样品中龙

脑含量为52%,超临界流体萃取法达到68%,而微波辅助提取法样品中龙脑含量则为65%。对于樟脑成分的分析显示,水蒸气蒸馏法样品中樟脑含量为12%,溶剂提取法为13%,超临界流体萃取法为11%,微波辅助提取法为10%。通过这些定量分析数据可以看出,不同提取方法对于冰片中活性成分的保留能力存在显著差异,高效的提取方法不仅能提升龙脑含量,还能保持其他挥发性成分的稳定性,尤其是超临界流体萃取法表现出优异的选择性和提取效率。

4.2 提取方法对冰片活性成分保持率的影响

不同提取方法对冰片活性成分的保持率影响显著,通过实验数据可以定量比较各方法的有效性。以龙脑为主要目标成分,研究发现水蒸气蒸馏法的龙脑保持率为72%,由于高温蒸馏过程易导致部分挥发性成分损失。溶剂提取法的保持率约为78%,在合适的溶剂选择和工艺参数控制下可以提升提取效率,但仍存在溶剂残留的风险。超临界流体萃取法因低温、无氧环境下操作,不同提取方法在活性成分保持率上的差异主要源于提取过程中对温度、时间以及溶剂选择的控制程度,数据表明超临界流体萃取法和微波辅助提取法在保证高保持率方面具有显著优势,为冰片高效利用提供了技术支持。

4.3 不同方法提取物的生物活性比较

冰片提取物的生物活性与其中龙脑、樟脑等活性成分的含量密切相关,通过抗炎、抗菌和抗氧化实验评价不同提取方法样品的活性效果。在抗炎实验中,以小鼠耳肿胀模型为例,水蒸气蒸馏法提取物抑制率为55%,溶剂提取法为60%,超临界流体萃取法达到78%,微波辅助提取法为75%。在抗菌实验中,溶剂提取法样品对金黄色葡萄球菌的最小抑菌浓度(MIC)为1.25 mg/mL,超临界流体萃取法样品的MIC值为0.75 mg/mL,表现出更强的抗菌活性。在抗氧化实验中,采用DPPH自由基清除率为评价指标,水蒸气蒸馏法提取物清除率为45%,溶剂提取法为52%,超临界流体萃取法为70%,微波辅助提取法为68%。不同方法提取物在生物活性上的差异表明,高效的提取技术不仅能够提升活性成分含量,还能增强冰片的实际药理效果,尤其是超临界流体萃取法的多项实验数据表现突出,显示出良好的应用前景。

5 提取方法优化策略

5.1 提取工艺参数的精细调控方法

提取工艺参数的精细调控在提升冰片纯度和活性成分保持率中起到关键作用,通过优化提取温度、时间、溶剂浓度、流速、压力等参数,可以显著提高提取效率。在水蒸气蒸馏法中,通过降低蒸馏温度至85°C并延长提取时间至2小时,龙脑的提取率提升了15%。在超临界流体萃取法中,调控二氧化碳流量和压力,实验数据表明在30MPa和50°C条件下,冰片中主要活性成分的提取率达到90%以上。在溶剂提取法中,通过选择合适的极性溶剂(如乙醇与水的比

例为 70:30)，可以显著降低杂质共提取现象，使冰片纯度提升至 85% 以上。微波辅助提取过程中，通过精确控制微波功率（200W）和作用时间（5 分钟），不仅缩短了提取时间，还有效防止了活性成分的热降解。综合实验结果显示，精细化调控提取工艺参数能够实现活性成分的高效提取和杂质的有效控制，为冰片提取技术的提升提供了理论和数据支持。

5.2 复合提取技术的集成与应用

复合提取技术将多种提取方法有机结合，在冰片提取过程中展现出显著的工艺优势，通过多种提取机制的协同作用实现更高的提取效率与纯度。在水蒸气蒸馏法与微波辅助技术相结合的实验中，先利用微波预处理冰片原料以提高分子活性，再进行蒸馏过程，活性成分龙脑的提取率提升至 82%，纯度提高了 10 个百分点。在超临界流体萃取与酶解法结合的研究中，通过酶解法预处理使细胞壁结构松散，超临界流体萃取过程中有效成分的释放率增加 20% 以上。在溶剂提取法与超声波辅助技术联合应用中，超声波的空化效应显著提高了溶剂的渗透能力，使溶解速率提升了 30%，实验数据表明龙脑的提取效率达到 75% 以上。复合提取技术通过多步骤、多机制的工艺集成，能够在保持冰片活性成分稳定性的同时，实现杂质的高效分离与去除，为高纯度冰片的制备提供了可靠的技术路径图 1 为合成冰片生产副产物醇类混合物中提取高纯度葑醇的方法。

图 1 合成冰片生产副产物醇类混合物中提取高纯度葑醇的方法

5.3 绿色高效提取技术的具体应用

绿色高效提取技术在冰片提取中的应用，不仅有效提升了提取效率，还符合环境友好和资源可持续利用的理念。超临界流体萃取技术利用无毒无残留的二氧化碳作为溶剂，通过调节温度和压力实现选择性提取，在实验中，冰片中的主要活性成分龙脑提取率超过 90%，无有机溶剂残留。酶解辅助提取技术通过天然酶催化细胞壁的分解，使活性成分更易释放，实验数据显示酶解法的提取率提升了 20% 以上，同时避免了高温处理对成分的破坏。超声波辅助提取技术利用声波能量提升溶剂的渗透能力，实验结果显示在 40℃ 条

件下超声波提取的冰片纯度可达 88%，大幅减少了能耗。离子液体辅助提取技术通过新型绿色溶剂的选择性溶解作用，使得提取过程中的污染物排放降低 70% 以上。在具体应用中，绿色高效提取技术不仅保证了冰片产品的质量和纯度，还显著降低了生产过程中的环境负荷，实现了经济效益和生态效益的双赢。

5.4 提取过程中的杂质控制与纯度提升技术

在冰片提取过程中，杂质的有效控制和纯度的提升是实现高质量产品的关键，针对不同提取方法中杂质生成和混入的机理，需要采取针对性的技术手段进行优化。在水蒸气蒸馏法中，通过控制蒸馏温度和冷凝效率，降低非挥发性杂质的混入，使最终产品纯度提升至 80% 以上。溶剂提取法中，通过选择极性相匹配的溶剂，并采用液-液萃取技术进一步分离杂质，在实验中冰片的纯度提升至 85%。超临界流体萃取法中，通过调节二氧化碳的流速和压力，实现选择性提取，杂质含量降低至 5% 以下，冰片纯度达到 90% 以上。微波辅助提取过程中，通过优化微波功率和提取时间，避免了高温导致的杂质产生，使得活性成分保持率在 85% 以上。同时，在提取后处理工艺中，通过应用吸附净化技术、膜分离技术和重结晶技术，可以进一步去除提取液中的杂质，实验数据表明，通过膜过滤技术处理后冰片样品的纯度可达到 95% 以上，显著提升了冰片的产品质量和市场竞争力。

6 结语

本研究系统分析了不同提取方法对冰片纯度和活性成分的影响，通过实验数据和技术比较，揭示了水蒸气蒸馏法、超临界流体萃取法、溶剂提取法和微波辅助提取法在提取效率、成分保持率及杂质控制方面的差异。超临界流体萃取法和微波辅助提取法在纯度提升和活性成分保留方面表现出显著优势，通过精细调控提取工艺参数、集成复合提取技术及应用绿色高效提取方法，有效优化了冰片提取工艺。在未来的研究中，应继续探索新型提取技术与传统方法的结合，加强提取过程中杂质控制手段的优化，以实现冰片提取过程的高效、绿色和高品质，为冰片制剂在制药工业中的广泛应用提供技术支持。

参考文献

- [1] 包小红,齐景梁,周娟.提取方法对清咽丸中冰片含量的影响分析[J].中药与临床,2018,9(06):26-27+13.
- [2] 唐莉,陈紫娟,郭庆,彭晓赞,李建文.龙脑樟叶片中天然冰片的提取及其清除DPPH自由基作用的研究[J].湖南城市学院学报(自然科学版),2018,27(03):64-68.
- [3] 陈楚阳,毕亚凡,王本俊.龙脑樟提取天然冰片的清洁生产工艺[J].化工进展,2017,36(06):2270-2274.
- [4] 曹建强.松节油提取物合成冰片烯/冰片二烯并与CO共聚研究[D].导师:周宝哈.湖北工业大学,2017.
- [5] 陈楚阳.从龙脑樟提取天然冰片的工艺研究[D].导师:毕亚凡.武汉工程大学,2017.