



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102784182 A

(43) 申请公布日 2012. 11. 21

(21) 申请号 201110127043. 2

(22) 申请日 2011. 05. 17

(71) 申请人 天津天士力现代中药资源有限公司  
地址 300410 天津市北辰区普济河东道 2 号  
天士力现代中药城

(72) 发明人 黄松 范开 刘岩 贾佳丽  
李龙军

(74) 专利代理机构 北京华科联合专利事务所  
11130

代理人 王为

(51) Int. Cl.

A61K 36/258(2006. 01)

A61P 3/10(2006. 01)

A61P 7/00(2006. 01)

A61P 35/00(2006. 01)

A61P 37/04(2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 6 页

(54) 发明名称

红参多糖提取物的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种红参多糖提取物的制备方法,包括如下步骤:(1)取红参或经过70%—100%乙醇溶液提取后的红参药渣,加入溶剂进行提取,得提取液;提取液浓缩,得浓缩液;(2)浓缩液加入75—100%乙醇溶液至适量进行醇沉,得沉淀;(3)沉淀干燥,得红参多糖提取物。

1. 一种红参多糖提取物的制备方法,按顺序包括如下步骤:

(1) 取红参或经过 70% --100% 乙醇溶液提取后的红参药渣,加入溶剂进行提取,得提取液;提取液浓缩得浓缩液;

(2) 浓缩液加入 75-100% 乙醇溶液至适量进行醇沉,得沉淀;

(3) 沉淀干燥、粉碎,得红参多糖提取物;

其中,步骤(1)中所述 70% --100% 乙醇溶液提取后的红参药渣为 1-3 次乙醇提取后的药渣,步骤(1)的溶剂选自:水或 0-40% 含醇量的乙醇溶液,用量为 1-50 倍原料量。

2. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述步骤(1)中的红参选自红参湿品或红参干品的整根、切制的饮片或者粉碎的颗粒或粉末;红参药渣是用红参湿品或红参干品的整根、切制的饮片或者粉碎的颗粒或粉末经过 70% -100% 乙醇溶液提取后产生的红参药渣。

3. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述步骤(1)中的红参或红参药渣可直接进行提取或干燥后进行提取。

4. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述步骤(1)和(3)中的干燥方式选自常压干燥、减压干燥、流化干燥、冷冻干燥、微波干燥、远红外干燥、超临界干燥或折射窗干燥。

5. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述步骤(1)中的提取方式选自煎煮法、浸渍法、渗滤法、超临界流体提取法、加压提取法、亚临界水提取法、破碎提取法、酶法辅助提取、半仿生提取法、超声提取法、微波提取法或动态逆流提取法。

6. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述步骤(1)中的浓缩方式选自常压浓缩、减压浓缩或膜浓缩。

7. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述步骤(1)中的浓缩液的量控制在浓缩液的体积:药材或药渣的重量 = 1 : 0.05-10 或浓缩液的比重为 1.01-1.40。

8. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述步骤(2)中的浓缩液加入 75-100% 乙醇溶液适量至溶液中含醇量为 55% -90%。

9. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,所述步骤(2)中的沉淀采用固液分离方式分离,分离方式选自管式离心、碟式离心、膜过滤、线隙过滤、板框过滤、滤布过滤、纸浆板过滤、滤纸过滤或直接移取上清液。

10. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于,步骤如下:

(1) 提取:以湿红参药渣为原料加水提取 3 次,加水量为 4,3,2 倍原料量;沸腾提取 1.5、1.5、1 小时,提取液过滤,合并后备用;提取后药渣弃去;

(2) 浓缩:将提取液减压浓缩至体积与原料量比为 1 : 1,浓缩液备用;

(3) 醇沉:将 95% 浓度乙醇溶液搅拌加入浓缩液中,控制混合溶液中乙醇含量 65% -69%,静置 12 小时以上;

(4) 固液分离:将醇沉液进行固液分离,沉淀备用,上清液弃去;

(5) 干燥:将沉淀减压干燥;

(6) 粉碎:将干燥物粉碎,过 100 目筛,即得红参多糖提取物。

## 红参多糖提取物的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于中药提取物的制备方法,具体地说,涉及红参多糖提取物的制备方法。

### 背景技术

[0002] 红参为五加科植物人参 *Panax ginseng* 经蒸制后的干燥根。作为名贵传统滋补中药,具有大补元气,复脉固脱,补脾益肺,生津、安神等功效。临床上红参常用于体虚欲脱,肢冷脉微,脾虚食少,肺虚喘咳,津伤口渴,内热消渴,久病虚羸,惊悸失眠,阳痿宫寒;心力衰竭,心源性休克。红参多糖是红参的主要活性成分之一,具有增强免疫系统功能、免疫抗肿瘤和辅助抗肿瘤、降血糖及调控血细胞生成的作用。目前,红参多糖提取物的制备通常是以红参为直接原料,水提醇沉,原料成本较高,且中性多糖、酸性多糖含量低。我公司生产中产生的红参药渣废料是红参经过乙醇溶液提取后的药渣,尚含有大量的多糖成分,因而可利用该部分资源进一步开发较高含量的红参多糖提取物具有重要的意义。

### 发明内容

[0003] 本发明提供一种从红参或红参醇提后药渣中制备红参多糖提取物的方法,红参或红参采用乙醇溶液提取后产生的红参药渣,加入溶剂进行提取,浓缩,醇沉,干燥,粉碎等工艺过程得到红参多糖提取物,提取物中中性多糖含量高于 50%,酸性多糖含量高于 8%,红参多糖提取物得率达到 30% 以上。

[0004] 本发明通过下述技术方案予以实施。

[0005] 本发明的红参多糖提取物的制备方法,按顺序包括如下步骤:

[0006] (1) 取红参或经过 70% --100% 乙醇溶液提取后的红参药渣,加入溶剂进行提取,得提取液;提取液浓缩得浓缩液;

[0007] (2) 浓缩液加入 75-100% 乙醇溶液至适量进行醇沉,得沉淀;

[0008] (3) 沉淀干燥、粉碎,得红参多糖提取物。

[0009] 其中,步骤 (1) 中所述 70% --100% 乙醇溶液提取后的红参药渣为 1-3 次乙醇提取后的药渣,如:以下方法得到的药渣:

[0010] 取红参加 70-100% 乙醇溶液提取 1-3 次,每次加醇量为 2-8 倍;提取后得到红参药渣。

[0011] 步骤 (1) 的溶剂选自:水或 0-40% 含醇量的低浓度乙醇溶液,用量为 1-50 倍原料量;

[0012] 步骤 (2) 的高浓度乙醇溶液选自:75-100% 乙醇溶液。

[0013] 步骤 (1) 所述的红参选自红参湿品或干品的整根、切制的饮片或者粉碎的颗粒或粉末;红参药渣是湿品或红参干品的整根、切制的饮片或者粉碎的颗粒或粉末经过 70% -100% 乙醇溶液提取后产生的红参药渣。

[0014] 步骤 (1) 所述的红参或红参药渣可直接进行提取或干燥后进行提取。

[0015] 步骤 (1) 和 (3) 中所述的干燥方式选自常压干燥、减压干燥、流化干燥、冷冻干燥、

微波干燥、远红外干燥、超临界干燥或折射窗干燥。

[0016] 步骤(1)所述的提取方式选自煎煮法、浸渍法、渗滤法、超临界流体提取法、加压提取法、亚临界水提取法、破碎提取法、酶法辅助提取、半仿生提取法、超声提取法、微波提取法或动态逆流提取法。

[0017] 步骤(1)所述的浓缩方式选自常压浓缩、减压浓缩或膜浓缩。

[0018] 步骤(1)所述的中的浓缩液的量控制在浓缩液的体积：药材或药渣的重量 = 1 : 0.05-10 或浓缩液的比重为 1.01-1.40。

[0019] 步骤(2)所述的浓缩液加入 75-100% 乙醇溶液适量至溶液中含醇量为 55% -90%。

[0020] 步骤(2)的沉淀采用固液分离方式分离,分离方式选自管式离心、碟式离心、膜过滤、线隙过滤、板框过滤、滤布过滤、纸浆板过滤、滤纸过滤或直接移取上清液。

[0021] 优选的制备方法如下：

[0022] (1) 取红参或经过 70% --100% 乙醇溶液提取后的红参药渣,加入水进行提取,得提取液 ;提取液浓缩,得浓缩液 ;

[0023] (2) 浓缩液加入 75-100% 乙醇溶液适量进行醇沉,得沉淀 ;

[0024] (3) 沉淀干燥、粉碎得红参多糖提取物。

[0025] 更优选的制备方法如下：

[0026] (1) 取红参或经过 80% --100% 乙醇溶液提取后的红参药渣,加入 2-30 倍量的水提取 1-3 次,合并提取液 ;提取液浓缩,得浓缩液 ;

[0027] (2) 浓缩液加入 95% 的乙醇进行醇沉,醇沉液含醇量为 60-80%,得沉淀 ;

[0028] (3) 沉淀干燥、粉碎得红参多糖提取物。

[0029] 最优选的方法：

[0030] 1、提取 :取经过 85% --95% 乙醇溶液提取后的红参药渣为原料加水提取 3 次,加水量为 4,3,2 倍原料量 ;沸腾提取 1.5、1.5、1 小时。提取液过滤,合并后备用 ;提取后药渣弃去。

[0031] 2、浓缩 :将提取液减压浓缩至体积与原料量比为 1 : 1,浓缩液备用。

[0032] 3、醇沉 :将 95% 浓度的乙醇搅拌加入浓缩液中,控制混合溶液中乙醇含量 65% -69%,静置 12 小时以上。

[0033] 4、固液分离 :将醇沉液进行固液分离,沉淀备用,上清液弃去。

[0034] 5、干燥 :将沉淀减压干燥。

[0035] 6、粉碎 :将干燥物粉碎,过 100 目筛,即得红参多糖提取物。

[0036] 本发明红参多糖提取物中性多糖含量测定方法：

[0037] 对照品溶液取 10mgD- 无水葡萄糖用蒸馏水定容于 50ml 容量瓶中,摇匀。分别取 0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.2ml 至 10ml 具塞试管中,分别加水使至 2ml。

[0038] 供试品溶液 精密称取原料 20mg 用蒸馏水定容至 100ml,摇匀静置。移取 1ml 上清液至 10ml 具塞试管中,加蒸馏水 1ml。

[0039] 蒽酮 - 硫酸试液 取 95-98% 硫酸 80ml,加入到 20ml 水中,先配制成 80% 硫酸溶液,然后将 0.1g 蒽酮加入到 80% 硫酸中即可,溶液呈草绿色。

[0040] 分别向以上对照品和供试品溶液中加入 8ml 蒽酮 - 硫酸试液,并迅速在沸水浴中

加热 10min,冷却至室温。作为供试品溶液,于 625nm 处测定吸光度。

[0041] 酸性多糖含量测定方法:

[0042] 对照品溶液 精密称取 D-半乳糖醛酸对照品 10mg,用蒸馏水定容至 100ml。分别移取 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0ml 至 10ml 容量瓶中,定容。

[0043] 供试品溶液 精密称取原料 20mg,用蒸馏水定容至 100ml。

[0044] 硫酸-四硼酸钠溶液 取 476.3mg 四硼酸钠溶于 100ml 浓硫酸中即可。

[0045] 间羟联苯显色剂配置方法 取 15mg 间羟联苯,用 0.5% NaOH 溶解定容至 10ml,即得。取以上对照品和供试品上清液各 1ml,加入 10ml 具塞试管中,冰水浴预冷 10min 后,加入硫酸-四硼酸钠溶液 6ml,摇匀后放入沸水浴中煮沸 5min,冰浴至室温,加入间羟联苯显色剂 0.2ml,充分振摇,显色 20min 后,于 520nm 处测定吸光度。

[0046] 用本发明方法制备的红参多糖提取物中性多糖含量高于 50%,酸性多糖含量高于 8%,提取物得率达到 30% 以上。

[0047] 本发明所制备的红参多糖提取物可单独或者与其他活性成分合用制备成适合服用的药物组合物,如与任何一种或一种以上药剂学上辅料如淀粉、糊精、乳糖、微晶纤维素、羟丙甲基纤维素、聚乙二醇、硬脂酸镁、微粉硅胶、木糖醇、乳糖醇、葡萄糖、甘氨酸、甘露醇、甘氨酸、羟丙基-β-环糊精等混合制成的各种药物剂型,例如,可制成注射剂、片剂、缓释片、滴丸、颗粒剂、粉针剂、胶囊剂、微粒剂。

[0048] 本发明的红参多糖提取物具有以下医药用途:

[0049] 红参多糖是红参的主要活性成分之一,具有增强免疫系统功能、免疫抗肿瘤和辅助抗肿瘤、降血糖及调控血细胞生成的作用。在临床上可用于治疗肺癌、卵巢癌、鼻咽癌、消化道肿瘤等疾病,具有很好的研究前景。

[0050] 与现有技术相比,本发明的红参多糖提取物提取方法的提取得率高,中性多糖及酸性多糖含量高,可保持更高的生理活性。

## 具体实施方式

[0051] 参考下列实施例将更易于理解本发明,给出实施例是为了阐明本发明,而不是为了限制本发明的范围。

[0052] 实施例 1

[0053] 取红参加 95% 乙醇溶液提取三次,每次加醇量为 8 倍;红参药渣烘干;干药渣加水煮沸提取三次,第一次为药材量的 4 倍水量,第二次为药材量的 3 倍水量,第三次为药材量的 2 倍水量;煎煮提取,沸后分别保持 1.5、1.5、1 小时;药液合并减压浓缩至  $V_{\text{浓缩液}} : M_{\text{药材或药渣}} = 1 : 3.5$ ,过滤,滤液加 95% 乙醇使含醇量为 70%,静置 12 小时以上;醇沉液采用滤布抽滤,分离出沉淀,将沉淀减压干燥,粉碎,过筛,得红参多糖提取物。(中性多糖含量 57.3%,酸性多糖含量 11.7%,得率 36.1%)

[0054] 实施例 2

[0055] 取红参加 80% 乙醇溶液提取三次,每次加醇量为 8 倍;红参药渣烘干;干药渣加 10% 乙醇溶液煮沸提取三次,第一次为药材量的 8 倍量,第二次为药材量的 8 倍量,第三次为药材量的 6 倍量;煎煮提取,沸后分别保持 1.5、1.5、1 小时;药液合并减压浓缩至比重 1.28 (63℃),过滤,滤液加 95% 乙醇使含醇量为 69%,静置 12 小时以上;醇沉液采用

滤布抽滤,分离出沉淀,将沉淀减压干燥,粉碎,过筛,得红参多糖提取物。(中性多糖含量 55.1%,酸性多糖含量 8.9%,得率 34.2%)

[0056] 实施例 3

[0057] 取红参加 95%乙醇溶液提取两次,每次加醇量为 8 倍;红参药渣烘干;干药渣加水煮沸提取三次,第一次为药材量的 4 倍水量,第二次为药材量的 3 倍水量,第三次为药材量的 2 倍水量;煎煮提取,沸后分别保持 1.5、1.5、1 小时;药液合并减压浓缩至比重 1.30(65℃),过滤,滤液加 95%乙醇使含醇量为 80%,静置 12 小时以上;醇沉液采用滤布抽滤,分离出沉淀,将沉淀减压干燥,粉碎,过筛,得红参多糖提取物。(中性多糖含量 64.3%,酸性多糖含量 15.3%,得率 32.8%)

[0058] 实施例 4

[0059] 取红参加 70%乙醇溶液提取 2 次,每次加醇量为 8 倍;红参药渣烘干;干药渣加水煮沸提取 2 次,第一次为药材量的 8 倍水量,第二次为药材量的 8 倍水量;煎煮提取,沸后分别保持 1.5、1.5 小时;药液合并减压浓缩至  $V_{\text{浓缩液}} : M_{\text{药材或药渣}} = 1 : 3.5$ ,过滤,滤液加 95%乙醇使含醇量为 60%,静置 24 小时;醇沉液采用滤布抽滤,分离出沉淀,将沉淀减压干燥,粉碎,过筛,得红参多糖提取物。

[0060] 实施例 5

[0061] 取红参加 5%乙醇煮沸提取三次,第一次为药材量的 6 倍量,第二次为药材量的 6 倍量,第三次为药材量的 6 倍量;煎煮提取,沸后分别保持 1.5、1.5、1 小时;药液合并减压浓缩至  $V_{\text{浓缩液}} : M_{\text{药材或药渣}} = 1 : 3.5$ ,过滤,滤液加 100%乙醇使含醇量为 80%,静置 12 小时以上;醇沉液采用滤布抽滤,分离出沉淀,将沉淀减压干燥,粉碎,过筛,得红参多糖提取物。

[0062] 实施例 6

[0063] 取红参加水煮沸提取 1 次,为药材量的 8 倍水量,煎煮提取,沸后分别保持 1.5 小时;药液合并减压浓缩至  $V_{\text{浓缩液}} : M_{\text{药材或药渣}} = 1 : 3.5$ ,过滤,滤液加 95%乙醇使含醇量为 70%,静置 12 小时以上;醇沉液采用滤布抽滤,分离出沉淀,将沉淀减压干燥,粉碎,过筛,得红参多糖提取物。

[0064] 实施例 7

[0065] 取红参加水煮沸提取 2 次,第一次为药材量的 4 倍水量,第二次为药材量的 4 倍水量,煎煮提取,沸后分别保持 1.5、1.5 小时;药液合并减压浓缩至  $V_{\text{浓缩液}} : M_{\text{药材或药渣}} = 1 : 3.5$ ,过滤,滤液加 95%乙醇使含醇量为 55%,静置 12 小时以上;醇沉液采用滤布抽滤,分离出沉淀,将沉淀减压干燥,粉碎,过筛,得红参多糖提取物。

[0066] 实施例 8

[0067] 取红参加 95%乙醇溶液提取三次,每次加醇量为 2 倍;红参药渣加取红参加 40%乙醇煮沸提取三次,第一次为药材量的 6 倍量,第二次为药材量的 6 倍量,第三次为药材量的 6 倍量;煎煮提取,沸后分别保持 1.5、1.5、1 小时;药液合并减压浓缩至  $V_{\text{浓缩液}} : M_{\text{药材或药渣}} = 1 : 3.5$ ,过滤,滤液加 100%乙醇使含醇量为 90%,静置 12 小时以上;醇沉液采用滤布抽滤,分离出沉淀,将沉淀减压干燥,粉碎,过筛,得红参多糖提取物。

[0068] 实施例 9

[0069] 取红参加 100%乙醇溶液提取 1 次,加醇量为 8 倍;红参药渣加水煮沸提取三次,第一次为药材量的 6 倍水量,第二次为药材量的 6 倍水量,第三次为药材量的 6 倍水量;煎

煮提取,沸后分别保持 1.5、1.5、1 小时;药液合并减压浓缩至  $V_{\text{浓缩液}} : M_{\text{药材或药渣}} = 1 : 3.5$ , 过滤,滤液加 100%乙醇使含醇量为 80%,静置 12 小时以上;醇沉液采用滤布抽滤,分离出沉淀,将沉淀减压干燥,粉碎,过筛,得红参多糖提取物。

[0070] 实施例 10

[0071] 取红参加 70%乙醇溶液提取 2 次,每次加醇量为 8 倍;红参药渣烘干;干药渣加水煮沸提取三次,第一次为药材量的 4 倍水量,第二次为药材量的 4 倍水量,第三次为药材量的 6 倍水量;煎煮提取,沸后分别保持 1.5、1.5、1 小时;药液合并减压浓缩至比重 1.40,过滤,滤液加 95%乙醇使含醇量为 60%,静置 12 小时以上;醇沉液采用滤布抽滤,分离出沉淀,将沉淀减压干燥,粉碎,过筛,得红参多糖提取物。

[0072] 实施例 11

[0073] 取红参加 80%乙醇溶液提取 2 次,每次加醇量为 8 倍;红参药渣烘干;干药渣加水煮沸提取三次,第一次为药材量的 3 倍水量,第二次为药材量的 3 倍水量,第三次为药材量的 3 倍水量;煎煮提取,沸后分别保持 1.5、1.5、1 小时;药液合并减压浓缩至  $V_{\text{浓缩液}} : M_{\text{药材或药渣}} = 1 : 3.5$ ,过滤,滤液加 95%乙醇使含醇量为 70%,静置 12 小时以上;醇沉液采用滤布抽滤,分离出沉淀,将沉淀减压干燥,粉碎,过筛,得红参多糖提取物。

[0074] 实施例 12

[0075] 取红参加 75%乙醇溶液提取三次,每次加醇量为 8 倍;红参药渣烘干;干药渣加水煮沸提取三次,第一次为药材量的 2 倍水量,第二次为药材量的 3 倍水量,第三次为药材量的 4 倍水量;煎煮提取,沸后分别保持 1.5、1.5、1 小时;药液合并减压浓缩至比重 1.01,过滤,滤液加 95%乙醇使含醇量为 70%,静置 12 小时以上;醇沉液采用滤布抽滤,分离出沉淀,将沉淀减压干燥,粉碎,过筛,得红参多糖提取物。

[0076] 实施例 13

[0077] 取红参加 95%乙醇溶液提取三次,每次加醇量为 6 倍;红参药渣烘干;干药渣加水煮沸提取三次,第一次为药材量的 2 倍水量,第二次为药材量的 3 倍水量,第三次为药材量的 4 倍水量;煎煮提取,沸后分别保持 1.5、1.5、1 小时;药液合并减压浓缩至  $V_{\text{浓缩液}} : M_{\text{药材或药渣}} = 1 : 0.05$ ,过滤,滤液加 95%乙醇使含醇量为 70%,静置 12 小时以上;醇沉液采用滤布抽滤,分离出沉淀,将沉淀减压干燥,粉碎,过筛,得红参多糖提取物。

[0078] 实施例 14

[0079] 取红参加 70%乙醇溶液提取 2 次,每次加醇量为 6 倍;红参药渣烘干;干药渣加水煮沸提取三次,第一次为药材量的 2 倍水量,第二次为药材量的 4 倍水量,第三次为药材量的 3 倍水量;煎煮提取,沸后分别保持 1.5、1.5、1 小时;药液合并减压浓缩至  $V_{\text{浓缩液}} : M_{\text{药材或药渣}} = 1 : 10$ ,过滤,滤液加 95%乙醇使含醇量为 70%,静置 12 小时以上;醇沉液采用滤布抽滤,分离出沉淀,将沉淀减压干燥,粉碎,过筛,得红参多糖提取物。

[0080] 实施例 15

[0081] 取实施例一的红参多糖提取物 170g,与 80g 微晶纤维素混合均匀,加 3%聚维酮乙醇溶液制软材,过 18 目筛制颗粒,600℃干燥 30 ~ 45 分钟,整粒,加入 10g 滑石粉,混匀,充于胶囊中,即得。

[0082] 实施例 16

[0083] 取实施例一的红参多糖提取物 170g,与 80g 微晶纤维素混合均匀,加 3%聚维酮乙

醇溶液制软材,过 18 目筛制颗粒,600℃干燥 30 ~ 45 分钟,整粒,加入 10g 滑石粉,混匀,压片即得。

[0084] 实施例 17

[0085] 取实施例一的红参多糖提取物 170g,与 100g 蔗糖,80g 微晶纤维素混合均匀,加 3% 聚维酮乙醇溶液制软材,过 18 目筛制颗粒,600℃干燥 30 ~ 45 分钟,整粒,包装,得到颗粒剂。