

大黄最佳提取方法的比较研究

李红霞^{1,2}, 王坤杰^{1*}

(1. 塔里木大学生命科学学院, 新疆阿拉尔 843300; 2. 新疆生产建设兵团塔里木盆地生物资源保护利用重点实验室, 新疆阿拉尔 843300)

摘要 [目的] 研究大黄的最佳提取方法, 为有效提取大黄甙提供参考。[方法] 用 2 种方法对大黄的有效成分提取进行了对比研究。[结果] 结果表明, 以乙醇为提纯剂的产率高于以氯仿为提纯剂的产率, 但以乙醇为提纯剂所获得产物的纯度低于以氯仿为提纯剂所获得的产物。以乙醇和氯仿混合溶剂为提纯剂时, 产物的产率和纯度相对有所提高。[结论] 确定了用乙醇与氯仿混合溶剂进行大黄提取的条件及有效方法。

关键词 大黄; 提取; 研究

中图分类号 S567.23*9 **文献标识码** A **文章编号** 0517-6611(2008)29-12753-02

Comparative Study on the Optimum Extraction Methods of Rheum

LI Hong-xia et al (Life Science College of Tarim University, Alaer, Xinjiang 843300)

Abstract [Objective] The research aimed to study the best extraction method of Rheum, providing references for extracting the glycoside of rheum. [Method] The best extraction methods of rheum was studied and compared. [Result] The results showed that the yield taking ethanol as purification agent was higher than that taking chloroform as purification agent, but the purity taking ethanol as purification agent was lower than that taking chloroform as purification agent. The yield and purity of productions were comparatively improved when taking the mixture of ethanol and chloroform as purification agent. [Conclusion] The condition and effective method of extracting the glycoside of rheum was confirmed.

Key words Rheum; Extraction; Study

大黄主产于中国, 黄河上游地区的称北大黄, 基原植物为掌叶大黄 *Rheum palmatum* L. 和唐古特大黄 *R. tanguticum* Maxim. (*R. palmatum* L. var. *taguticum* Maxim.); 长江上游的为南大黄, 基原植物为药用 *R. officinale* Baill. 此外, 中国还有以 *R. undulatum* L. (华北)、*R. collinianum* Baill. (陕西)、*R. compactum* L. (新疆) 为基原植物的土大黄和以 *R. rhaponticum* L. (山西、河北) 为基原植物的山大黄^[1]。自古以来, 中国对大黄进行了大量的研究, 由于其特殊的药理作用, 大黄在医学、饮食等领域有特殊的地位。大黄有清除氧自由基的作用, 对心血管系统, 免疫系统, 泌尿系统, 消化系统也有积极的作用, 同时还有抗炎、抗病毒作用等的药理作用^[2-4], 其临床应用^[5-7]主要有治疗糖尿病, 肾病, 胃肠功能衰竭, 急性胰腺炎等。因此, 研究大黄的炮制方法对大黄的进一步应用具有重要意义。大黄的炮制方法自古到今有酒洗、蜜蒸、醋煎、米蒸、水煮及乙醇蒸等, 但这些方法都不能同时解决产率和纯度同步提升的问题, 这对工业化生产大大不利。为此, 笔者以 3 种方法对大黄的有效成分进行了提取, 旨在确定大黄的提取最佳方法。

1 材料与方法

1.1 材料 试材: 大黄(西宁产)。

药品: 乙醇, 氯仿, 浓硫酸, 氯化钠, 碳酸钠, 氢氧化钾, 碳酸氢钾, 盐酸, 均为 A. R 级。

仪器: 蒸馏仪, 元素分析仪。

1.2 大黄蒽醌(大黄甙)的提取^[8-9]

提取方法 1: 取大黄 1 kg, 加入 20% 的 H₂SO₄ 和氯仿(1:5)混合物, 在水浴上回流数小时, 倾出氯仿液, 残渣再如法重复数次, 合并氯仿液, 水洗得到氯仿提取液。分别在氯仿提取液中加入 5% 碳酸氢钾, 5% 碳酸钠, 0.25% 氢氧化钾,

5% 氢氧化钾, 并分别分液分离, 再加盐酸至酸性, 得到不同的黄色沉淀, 过滤, 干燥, 得到分离产品。

提取方法 2: 取大黄 1 kg, 用 5 倍量的乙醇(3 000 ml)回流, 萃取 4 次, 每次 0.5 h。合并萃取液, 蒸馏, 回收乙醇, 残渣再如法重复数次, 合并提取物。加入适量的氢氧化钾溶解过滤, 在滤液中加入适量盐酸酸化, 有黄色沉淀产生, 过滤, 水洗沉淀, 用少量冰冷的丙酮洗涤以除去有色杂质。干燥沉淀, 得到黄色的产品。

提取方法 3: 取大黄 1 kg, 用 1:3 的氯仿和乙醇混合液回流, 萃取 4 次, 每次 0.5 h。合并萃取液, 蒸馏, 残渣再如法重复数次, 合并提取液。加入适量的氢氧化钾溶解过滤, 在滤液中加入适量盐酸酸化, 有黄色沉淀产生, 过滤, 水洗沉淀, 用少量冰冷的丙酮洗涤以除去有色杂质。干燥沉淀, 得到黄色的产品。

2 结果与分析

2.1 成分分析

2.1.1 提取方法 1 提取的产品的元素分析结果。从表 1 可以看出, 提取的 4 种产品分别为: 大黄酸、大黄素、芦荟大黄酸、大黄酚。

表 1 提取方法 1 提取的产品的元素分析结果

Table 1 Results of products elementary analysis by extraction method 1

产品	化学成分	百分含量//%
Product	Chemical component	Percentage content
产品 1 Product 1	C	62.82
	H	3.98
	N	0.23
产品 2 Product 2	C	62.94
	H	3.69
	N	0.09
产品 3 Product 3	C	59.62
	H	4.19
	N	0.04
产品 4 Product 4	C	60.20
	H	4.05
	N	0.11

基金项目 塔里木大学校长基金硕士基金项目(TDZKSS06007, TDZKSS06011)。

作者简介 李红霞(1979-), 女, 甘肃庄浪人, 讲师, 从事有机化学方面的研究。*通讯作者, E-mail: wangkj80@163.com。

收稿日期 2008-07-07

2.1.2 提取方法 2 提取的产品的元素分析结果。从表 2 可以看出,提取方法 2 提取的产品的纯度明显低于提取方法 1 所提取的产品。

表 2 提取方法 2 提取的产品的元素分析结果

Table 2 Results of elementary analysis of the products extracted by method 2

化学成分 Chemical component	百分含量 Percentage content//%
C	42.31
H	4.36
N	0.14

2.1.3 提取方法 3 提取的产品的元素分析结果。从表 3 可以看出,提取方法 3 提取的产品的纯度比提取方法 2 显然有所改进,但不如提取方法 1。

表 3 提取方法 3 提取的产品的元素分析结果

Table 3 Results of elementary analysis of the products extracted by method 3

化学成分 Chemical component	百分含量 Percentage content//%
C	61.31
H	4.36
N	0.14

2.2 产率计算结果 干燥以上所得的产品,称重结果如表 4 所示。由表 4 可知,提取方法 2 的产率较高,提取方法 3 其次,提取方法 1 最低。

3 结论与讨论

从产率可以看出,提取方法 2 提取的产品的产率高于提取方法 1。这是因为乙醇能溶解大黄中更多的干扰物质,如硬脂酸、油酸等,而氯仿溶解这些物质的能力不强,故产率较低。但是,从元素分析结果可以看出,提取方法 2 提取的产

(上接第 12724 页)

中,肝、肺、骨骼肌中,高剂量组的一氧化氮含量均极显著高于对照组($P < 0.01$);肝中,中剂量组的一氧化氮含量也极显著高于对照组($P < 0.01$),肺和骨骼肌中,中剂量组的一氧化氮含量显著高于对照组($P < 0.05$);肝、肺、骨骼肌中,低剂量组的一氧化氮含量与对照组无显著性差异。心肌中,各剂量组的一氧化氮含量均极显著低于对照组($P < 0.01$)。

3 结论与讨论

近年来,贾忠建等对新疆雪莲的研究发现,含有黄酮类、生物碱、内酯、甾醇、多糖和挥发油等多种化学成分,各自发挥着生理作用,其中的多糖能清除超氧阴离子自由基和营养、增强机体免疫力的作用,具有抗疲劳、抗缺氧的功效^[4]。

一氧化氮能够引起血管扩张,并在维持动脉基础张力方面起重要作用,其作用机理是一氧化氮通过激活靶细胞鸟苷酸环化酶,使胞内 cGMP 含量增加,从而引起血管舒张^[5],对治疗高原疾病有一定的意义和疗效^[6]。该研究结果表明,高剂量组中,肝、肺和骨骼肌中的一氧化氮含量最高,随着药物

表 4 3 种提取方法提取的产品的产率计算结果

Table 4 Calculation result of the product extraction yields by 3 methods

提取方法	干重//g	产率//%
Extraction method	Dry weight	Yield
方法 1 Method 1	18	1.8
方法 2 Method 2	32	3.2
方法 3 Method 3	30	3.0

品的纯度低于提取方法 1,这也证明了以上的结论。即以乙醇为提纯剂的产率高于氯仿为提纯剂的产率,但纯度不高。而以氯仿为提纯剂的产率低于乙醇为提纯剂的产率,但纯度高。因此,可以将 2 种方法结合,即用乙醇与氯仿混合溶剂提取大黄。从结果看,这个结论正确,其产品的纯度和产率相对而言有所提高,这给今后大黄的提取工艺带来了很好的启示。

参考文献

- [1] 刘庆增. 祛风湿中药的抗炎镇痛作用[J]. 中成药,1987(3):41-43.
- [2] 陈季武, 胡天喜, 朱大元. 11 种黄酮类化合物清除超氧阴离子的构效关系研究[J]. 中国药理学杂志,2002,31(1):57-58.
- [3] 焦东海, 张启元, 章启尧, 等. 单味大黄治疗急性胰腺炎的临床与实验研究[J]. 上海中医药杂志,1990(7):58-60.
- [4] 郭丹杰, 徐成斌, 陈源源. 大黄素对血管平滑肌细胞增殖影响的实验研究[J]. 中华内科杂志,1996,35(3):157-159.
- [5] 陈琼华. 中药大黄的生化药理学研究[J]. 冶金医药学报,1990,7(3):88-90.
- [6] 苏子仁, 陈建南. 中药制剂工艺过程的物理化学变化研究[J]. 中国中药杂志,1998,23(11):671-673.
- [7] 王玲, 张富宝. 中药大黄提取色素的抑菌作用研究[J]. 食品工业科技,2000,21(6):27-28.
- [8] 魏凤玲, 齐敏超, 钟家胜. 大黄蒽醌类成分提取工艺优选[J]. 中国中药杂志,1998,23(10):609-611.
- [9] 陈琼华, 戴汉松, 苏学良. 中药大黄的综合研究 XXXI. 大黄蒽醌衍生物系统分离的改进方法[J]. 天然产物研究与开发,2001,13(3):58-60.

剂量的减少有递减趋势,与对照组和低剂量组相比差异极显著($P < 0.01$),说明藏雪莲可以增加骨骼肌、肝、肺组织中一氧化氮的含量。心肌中,对照组一氧化氮含量最高,与药物组差异极显著($P < 0.01$)。藏雪莲具有的抗缺氧的功能是否与各组织中一氧化氮的含量的变化有关,有待于进一步研究。

参考文献

- [1] 王慧春, 徐文化. 藏药雪莲花的研究进展[J]. 青海大学学报,2001,19(4):7-9.
- [2] 曹玲珍, 刁治民, 雷青娟, 等. 雪莲资源及花的研究应用价值[J]. 青海草业,2006,15(1):26-28.
- [3] 西藏卫生局. 西藏常用中草药[M]. 拉萨:西藏人民出版社,1971:351.
- [4] 贾忠建, 李瑜, 杜牧, 等. 新疆雪莲化学成分研究(1)[J]. 高等化学学报,1983,4(5):581-584.
- [5] MOORE P K, SUAYEH O A, CHENG N W S, et al. L-NG-nitroarginine(L-NOARG), a novel L-arginine reversible inhibitor of endothelium-dependent vasodilation *in vitro*[J]. Br J Pharmacol,1991,99:408-412.
- [6] 张西洲, 崔建华. 吸入低浓度一氧化氮治疗高原肺水肿对体内自由基代谢的影响[J]. 高原医学杂志,2000,10(1):1021.