

喜马拉雅紫茉莉总皂苷的提取工艺优选

李健,赵婷,林辉,彭莲,闫永红*
(北京中医药大学,北京 100102)

[摘要] 目的:优选喜马拉雅紫茉莉总皂苷的提取工艺条件。方法:以人参皂苷 Re 为对照品,用香草醛-高氯酸比色法测定喜马拉雅紫茉莉总皂苷的含量,以总皂苷收率为指标,采用单因素试验及正交试验考察乙醇体积分数、提取温度、提取时间、提取次数、料液比对喜马拉雅紫茉莉总皂苷收率的影响。结果:各因素对总皂苷收率的影响顺序为提取温度>提取时间>乙醇体积分数;最佳提取工艺为加 12 倍量 60% 乙醇于 70℃ 提取 2 次,每次 2 h,总皂苷收率 0.704%。结论:采用回流法提取喜马拉雅紫茉莉总皂苷的方法可行。

[关键词] 喜马拉雅紫茉莉;总皂苷;提取;工艺优选

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2013)11-0045-03

[doi] 10.11653/syfy2013110045

Optimization of Extraction Technology of Total Saponins
from *Mirabilis himalaica*

LI Jian, ZHAO Ting, LIN Hui, PENG Lian, YAN Yong-hong*
(Beijing University of Chinese Medicine, Beijing 100102, China)

[Abstract] Objective: To optimize extraction process of total saponins from *Mirabilis himalaica*. Method: Taking Ginsenoside Re as a reference substance, the content of total saponins was determined by vanillin-perchloric acid colorimetric method. Effect of ethanol concentration, extraction temperature, extraction time, extraction times and solid-liquid ratio on yield of total saponins was investigated by single factor test and orthogonal test. Result: Effect of factors on yield of total saponins was in order of extraction temperature > extraction time > solvent concentration. Optimum process was as following: extracted 2 times with 12 folds of 60% ethanol at 70℃, 2 h per time. Yield of total saponins was 0.704%. Conclusion: It is feasible that total saponins from *M. himalaica* was extracted by reflux method.

[Key words] *Mirabilis himalaica*; total saponins; extraction; process optimization

喜马拉雅紫茉莉为藏医常用药物,为五根药上品,味甘、辛,具有壮阳、引黄水、治下身寒症^[1]、温肾、利尿排石的功效,常用于治疗肾寒浮肿、腰及关节痛、下腹痛及膀胱结石^[2]、各种性病及一些病毒感染^[3]。目前已从该药材中分离得到神经酰胺的

[收稿日期] 20121210(029)

[第一作者] 李健,在读硕士,从事中药质量评价与标准研究, Tel:15201391713, E-mail:lijian_8021@126.com

[通讯作者] * 闫永红,教授,博士生导师,从事中药材鉴定、中药质量评价与标准研究, Tel:010-84738625, E-mail:lxddyh@yeah.net

苷、紫茉莉酰胺、鱼藤酮、甾体、三萜、不饱和脂肪酸酯及木质素类成分^[4]。本实验以喜马拉雅紫茉莉为原料,对其皂苷类成分的提取工艺进行研究,为喜马拉雅紫茉莉的进一步开发提供实验依据。

1 材料

U-3010 型紫外分光光度计(日本日立), BP211D 型 1/100 电子分析天平(德国赛多利斯)。

喜马拉雅紫茉莉(采于拉萨夺底沟山坡下,海拔 3 600 m,经北京中医药大学学生药鉴定系闫永红博士鉴定为紫茉莉科植物喜马拉雅紫茉莉 *Mirabilis himalaica* (Edegw) Heim 的根),人参皂苷 Re 对照品(批号 110754-201123,中国食品药品检定研究

院),试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 喜马拉雅紫茉莉总皂苷的含量测定^[5]

2.1.1 标准曲线绘制 精密称取人参皂苷 Re 对照品 5 mg 至 25 mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度。精密吸取 0.00,0.20,0.30,0.40,0.50,0.60,0.70,0.80 mL 对照品溶液于具塞试管中,挥干溶剂,加入新配置的 5% 香草醛冰乙酸溶液 0.20 mL,高氯酸 0.8 mL,加塞后于 70 ℃ 水浴加热 15 min,冰水浴冷却至室温,加冰乙酸 5 mL,摇匀,随行做空白对照,于 550 nm 测定吸光度(A),得回归方程 $A = 28.637C - 0.068$ ($r = 0.999\ 9$)。

2.1.2 总皂苷提取率测定 准确称取喜马拉雅紫茉莉药材粉末(2 号筛)5.0 g,提取,回收溶剂,用水饱和和正丁醇萃取 3 次,合并正丁醇层,挥干溶剂,用 95% 乙醇定容至 25 mL^[6]。精密吸取 0.10 mL 样品溶液至具塞试管,按 2.1.1 项下自“挥干溶剂”后同法测定 A,计算总皂苷提取率。

2.2 单因素试验考察

2.2.1 乙醇体积分数 恒定料液比 1:10,提取数 2 次,提取时间 1.5 h,提取温度 50 ℃,分别选取体积分数为 40%,50%,60%,70%,80% 的乙醇溶液进行提取,结果总皂苷收率分别为 0.248%,0.398%,0.401%,0.321%,0.212%,故暂且选择 60% 乙醇。

2.2.2 提取温度 恒定料液比 1:10,提取数 2 次,提取时间 1.5 h,乙醇体积分数 60%,分别考察提取温度 40,50,60,70,80 ℃ 对总皂苷收率的影响,结果总皂苷收率依次为 0.285%,0.291%,0.282%,0.347%,0.334%,故选择 70 ℃。

2.2.3 提取时间 恒定料液比 1:10,提取数 2 次,提取温度 70 ℃,乙醇体积分数 60%,依次考察提取 1,1.5,2,2.5 h 对总皂苷收率的影响,结果总皂苷收率依次为 0.221%,0.231%,0.279%,0.281%,故选择每次提取 2 h。

2.2.4 提取次数 恒定料液比 1:10,提取数 2 次,提取时间 2 h,提取温度 70 ℃,乙醇体积分数 60%,考察提取 1,2,3,4 次对总皂苷收率的影响,结果总皂苷收率依次为 0.147%,0.232%,0.231%,0.233%,由于总皂苷收率在提取 2 次以后基本无变化,故选择提取 2 次。

2.2.5 料液比 恒定提取数 2 次,提取时间 2 h,提取温度 70 ℃,乙醇体积分数 60%,分别考察料液比 1:8,1:10,1:12,1:14 对总皂苷收率的影响,结果总皂苷收率依次为 0.153%,0.258%,0.409%,

0.414%,总皂苷收率随固液比增大而提高,固液比达 1:12 后变化不大,故选择料液比 1:12。

2.3 正交试验优选 在单因素试验基础上,固定料液比 1:12,提取数 2 次。以总皂苷收率为评价指标,提取时间、提取温度及乙醇体积分数为考察因素,按 $L_9(3^4)$ 正交表进行试验。因素水平见表 1,试验安排及结果见表 2,方差分析见表 3。

表 1 喜马拉雅紫茉莉总皂苷提取工艺正交试验因素水平

水平	A	B	C
	提取温度/℃	提取时间/h	乙醇体积分数/%
1	60	1.5	50
2	70	2.0	60
3	80	2.5	70

表 2 喜马拉雅紫茉莉总皂苷提取工艺正交试验安排

No.	A	B	C	总皂苷收率/%
1	1	1	1	0.599
2	1	2	2	0.704
3	1	3	3	0.577
4	2	1	2	0.684
5	2	2	3	0.676
6	2	3	1	0.570
7	3	1	3	0.456
8	3	2	1	0.547
9	3	3	2	0.486
K_1	1.880	1.739	1.716	
K_2	1.930	1.927	1.874	
K_3	1.489	1.633	1.709	
R	0.147	0.098	0.055	

表 3 总皂苷收率方差分析

方差来源	SS	f	MS	F	P
A	0.039	2	0.019	37.807	<0.05
B	0.015	2	0.007	14.374	>0.05
C	0.006	2	0.003	5.645	>0.05
D(误差)	0.001	2	0.001		

由表 2 可知,各因素对总皂苷收率的影响顺序为提取温度>提取时间>乙醇体积分数;方差分析表明提取温度对总皂苷收率的影响显著,其他因素则无显著影响。确定最佳工艺组合为 $A_2B_2C_2$,即提取温度 70 ℃,提取时间 2 h,乙醇体积分数 60%。

3 讨论

采用热回流法提取喜马拉雅紫茉莉总皂苷,产

淫羊藿总黄酮的 3 种减压回流提取工艺优选

陈虹静^{1,2}, 黄元红², 李容², 杨军宣^{3*}

(1. 四川大学化学工程学院, 成都 610065; 2. 雅安三九药业有限公司, 四川 雅安 625000;
3. 重庆医科大学中医药学院, 重庆 400016)

[摘要] 目的: 优选常规、微波和超声波辅助减压回流提取淫羊藿总黄酮的提取工艺, 比较 3 种减压提取工艺的提取效率。方法: 以淫羊藿苷提取率为指标, 采用 $L_9(3^4)$ 正交试验分别优化常规、微波和超声波辅助减压回流的提取工艺条件。结果: 常规减压回流提取最佳工艺为真空度 0.07 MPa, 提取 3 次, 每次 20 min, 淫羊藿苷提取率 88.06%; 微波辅助减压回流提取最佳工艺为提取功率 500 W, 提取 2 次, 每次 20 min, 淫羊藿苷提取率 93.27%; 超声波辅助减压回流提取最佳工艺为提取功率 200 W, 提取 2 次, 每次 10 min, 淫羊藿苷提取率 94.16%。结论: 3 种减压回流提取法均优于常压回流提取法, 实际生产中应综合考虑制剂需求、生产成本、环境保护等方面, 选择具有高效性、污染小、节能、操作简便特点的方法。

[关键词] 微波法; 超声波法; 减压提取; 淫羊藿苷; 正交试验

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2013)11-0047-04

[doi] 10.11653/syjf2013110047

Optimization of Vacuum Reflux Extraction Technology for
Total Flavonoids from *Epimedium brevicornu*

CHEN Hong-jing^{1,2}, HUANG Yuan-hong², LI Rong², YANG Jun-xuan^{3*}

(1. College of Chemical Engineering, Sichuan University, Chengdu 610065, China;

2. Ya'an Sanjiu Pharmaceutical Co. Ltd, Ya'an 625000, China;

3. Department of Traditional Chinese Medicine, Chongqing Medical University, Chongqing 400016, China)

[Abstract] Objective: To optimize conventional, microwave and ultrasonicwave-assisted vacuum reflux extraction technologies for total from *Epimedium brevicornu*, and compare extraction efficiency of this 3

[收稿日期] 20121223(007)

[第一作者] 陈虹静, 助理工程师, 从事制药工艺及质量研究, Tel: 0835-2876093, E-mail: chlj0520@163.com

[通讯作者] * 杨军宣, 博士, 助理研究员, 从事中药新制剂研究, Tel: 023-65712064, E-mail: yjxhawk@sina.com

品收率高、操作简单、对设备要求低等优势。本实验以总皂苷收率为指标, 对喜马拉雅紫茉莉总皂苷的乙醇回流工艺进行优选, 结合单因素考察和正交试验, 得到乙醇回流提取喜马拉雅紫茉莉总皂苷的最佳工艺, 优选的工艺稳定可行, 为喜马拉雅紫茉莉的进一步开发提供参考。

[参考文献]

[1] 帝玛尔·丹增彭措. 晶珠本草[M]. 上海: 上海科技出版社, 1986: 88.
[2] 青海省卫生局. 藏药标准[M]. 西宁: 青海人民出版

社, 1979: 20.
[3] 何兰, 陈绍农, 陈耀祖. 紫茉莉根中化学成分的研究[J]. 中国野生植物资源, 1996(2): 38.
[4] 张国林, 周正质, 李伯刚. 紫茉莉酰胺: 喜马拉雅紫茉莉中一新桂皮酰胺[J]. 天然产物研究与开发, 1998, 10(3): 12.
[5] 王玉芝, 于天霞, 王嘉滨. 荔枝核中总皂苷的提取工艺优选[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(12): 48.
[6] 张国松, 封传华, 罗晓健, 等. 柴胡总皂苷提取工艺的优化[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(12): 17.

[责任编辑 全燕]