

吴茱萸五加中提取紫丁香甙的研究[△]

南京林业大学(210037) 欧惠英* 向其柏 乐美麟

摘要 报道了用水、甲醇及各种浓度乙醇为溶剂,从吴茱萸五加中提取紫丁香甙。试验证明,水和30%乙醇提取效果最佳。还研究了影响水提的因素及精制条件等。

关键词 吴茱萸五加 紫丁香甙 高效液相色谱法

紫丁香甙具有抗疲劳的生理作用^[1],它已作为刺五加药材的主要质量指标^[2]。作为刺五加植物的邻属吴茱萸五加^[3],经测定其枝皮中紫丁香甙含量较高^[4],是有开发利用价值的药材资源。据文献^[5,6]报道,提取五加中紫丁香甙所用溶剂甲醇和乙醇。本文用水,甲醇以及乙醇为溶剂,并试验了温度等对提取的影响,以水为溶剂提取,条件简单、快速,收率高,可回收套用。安全无污染,成本最低,具有实用价值。

1 实验部分

实验用吴茱萸五加枝皮从湖南新宁紫云山采集,枝皮提取液中紫丁香甙含量测定用高效液相色谱法。通过以下实验,选择最佳提取条件。

1.1 提取溶剂的选择:称取吴茱萸五加枝皮粉(40目),用等量不同溶剂经浸提(常温)24h,测定提出液紫丁香甙含量。结果见表1,可见,水和30%乙醇提取率较高,作为提取中草药,水更可取。

表1 提取溶剂对紫丁香甙提出率的影响

溶 剂	甲 醇	乙 醇 (%)				水	
		95	60	50	30	蒸馏水	自来水
提取液紫丁香甙含量 (mg/g)	5.236(2)	2.842(2)	3.837(2)	4.622(2)	6.409(2)	6.278(2)	6.444(2)

1.2 影响水对紫丁香甙提出率的因素

1.2.1 浸泡与搅拌对提出率的影响:见表2。

1.2.2 提取温度对提出率的影响:沸水提取与常温提取效果相差不悬殊,前者能耗大。实验结果,提出液的紫丁香甙含量(mg/g)为20℃ 6.113,60℃ 6.380,100℃ 6.823。

1.2.3 提取时间:实验结果见表3。

表2 浸泡与搅拌对提取率的影响

处 理	提出液的紫丁香甙含量(mg/g)
浸 泡 (12h)	5.130(2)
浸泡4h超声波振荡15s	6.151(2)
浸泡4h超声波振荡45s	6.067(2)

表3 煮沸时间对紫丁香甙提出率的影响

时 间 (h)	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0
提取液紫丁香甙 含量(mg/g)	6.857	6.517	6.516	6.433	6.288	6.175

实验结果表明,煮沸提取0.5h,提取液的紫丁香甙含量最高。

1.2.4 提出率与提取次数的关系,结果见表4。

*Address: Ou Huiying, Nanjing Forestry University, Nanjing

△本课题为国家自然科学基金资助项目

实验结果表明,前3次提取的紫丁香甙的含量占4次提出总量的99.26%,故一般只需提取3次即可。

1.3 拟定提取工艺:称取原料细粉(40目),装入容器中,加5倍量自来水,煮沸0.5h滤出提取液,继续加5倍量水,煮沸0.5h,共3次,合并提取液(第3次提取液可下次套用),减压浓缩至稠膏。

1.4 精制:将稠膏拌入硅胶,使成粉末状,放入硅胶柱上方,用乙醇-乙酸乙酯(15:85)混合液洗脱。用薄层层析跟踪结果,取相同组分洗脱液,减压浓缩至干,残渣用少量正丁醇溶解后放置析晶,晶体以95%乙醇重结晶,得紫丁香甙精品。所得精品与标准样品经高效液相色谱对照检查,图谱一致。结果证明,所得精制品比较纯净。

2 讨论

2.1 薄层结果和高效液相色谱结果显示,用本方法提取的紫丁香甙与甲醇和乙醇提取液所含紫丁香甙一致,只是提取率不同而已,这样可降低提取成本。

2.2 本方法用水作溶剂,先使约占35%的热水可溶性成分与叶绿素等脂溶性成分及纤维素等热水不溶物基本分离,继而用柱层析,再用正丁醇作溶剂结晶,使紫丁香甙与水溶性糖类、无机盐等杂质分离,然后用乙醇重结晶,可得到较纯的紫丁香甙。

致谢:南京林业大学林学系刘玉莲副教授、黄敬怡老师提供样品,中国药科大学王明时教授提供紫丁香甙标准品,南京师范大学邬安珍老师协助做高效液相色谱。

表4 紫丁香甙提出率与提取次数的关系

提取次数	提取液的紫丁香甙含量(mg/g)	提取百分率(%)
1	6.778	79.67
2	1.360	15.98
3	0.307	3.61
4	0.063	0.74

参 考 文 献

- 1 Sandberg F. *Planta Medica*, 1973, 24 (4): 329
- 2 许正斌,等. *中草药*, 1984, 15(5): 32
- 3 向其柏,等. *中国树木志*. 第3卷. 北京:中国林业出版社, 1985. 1783
- 4 欧惠英,等. *植物资源与环境*, 1992, 1(2):
- 5 宋兴华,等. *南京药学院学报*, 1983(1): 15
- 6 宋兴华,等. *中国药科大学学报*, 1987, 18(3): 203

(1993-06-08收稿)

冷饭团中分得4个五味子酯和1个乙酰五味子酯

刘嘉森,等. *Phytochem*, 1993, 32(5): 1293

木兰科南五味子属的冷饭团 *Kadsura coccinea* 为我国广西民间草药用以治疗胃肠道疾病及类风湿性关节炎。前曾从其中分得2个新木酚素,今又进一步分得4个同系物,分别命名为五味子酯L、M、N及O(schisantherins L、M、N、O)及1个乙酰五味子酯L。

五味子酯L: $C_{27}H_{30}O_8$, mp 147~148°C, $[\alpha]_D + 97.1$ (C, 0.4975, MeOH), 还原后得已知物五味子

素C。五味子酯M: $C_{32}H_{36}O_{10}$, mp 154~155°C, $[\alpha]_D + 51.2$ (C, 1.58, MeOH)。五味子酯N: 结构同五味子酯M, 仅C-9位为 α 当归酸酯。五味子酯O: mp 194~195°C, $[\alpha]_D + 13.4$ (C, 0.7166, MeOH), 还原后得五味子酚乙。乙酰五味子酯L: $C_{29}H_{32}O_9$, $[\alpha]_D + 79.9$ (C, 0.5515, MeOH)。

(史玉俊 摘)