

蒺藜不同提取工艺的研究

中国中医研究院基础理论研究所(北京100700) 李树珍* 刘 泓 赵红霞

摘要 对蒺藜不同提取工艺进行了研究,并用海柯皂甙元做指标测定了皂甙的含量。研究表明:回流法较渗漉法、水煮醇沉法提取的干膏、皂甙得量高,而回流法中用70%乙醇回流提取的皂甙及其含量为最高。

关键词 蒺藜 提取工艺 海柯皂甙元 含量测定

蒺藜是我国最早应用的中药之一,早在《神农本草经》中就收载,并列为上品^[1]。蒺藜有平肝解郁,活血祛风,明目止痒之功。近年来国内外对其化学成分,药理作用进行了研究,取得重要进展。其皂甙部分有明显的强壮及抗动脉硬化作用。苏联及保加利亚用其总皂甙制剂治疗动脉硬化及提高性功能^[2]。我国用其全草开发了相应制剂“心脑血管舒通”,在防治心脑血管疾病与性功能减退症方面显示良好疗效。为此本课题对蒺藜不同提取工艺的得量、收得率及其海柯皂甙元的含量进行了比较,以确定皂甙最佳提取工艺,为生产提供依据。

1 药物来源

蒺藜:本品为伞形科植物蒺藜 *Tribulus terrestris* L. 的干燥成熟果实。

2 方法及结果

2.1 蒺藜不同提取工艺干膏,皂甙得量,收得率比较

2.1.1 回流法:分别称取蒺藜50g(打碎),分别加95%、70%、50%乙醇(4、3、3倍量),加热回流3次,每次2h,趁热过滤,合并3次滤液,减压回收乙醇,药液浓缩至干膏。

2.1.2 渗漉法:分别称取蒺藜50g粗末,分别用70%、50%乙醇渗漉(按中华人民共和国药典1985年版附录11项下进行),按1~2ml/min流速,收集滤液(相当生药的8倍量),回收乙醇,药液浓缩至干膏。

2.1.3 水煮醇沉法:称取蒺藜50g(打碎),加水5、4、4倍量,煎煮3次,分别煮沸1h,40min,30min,滤过,滤液浓缩至1:1(生药),加2倍量95%乙醇沉淀,放置,离心,回收乙醇,浓缩成干浸膏。见表1。

2.1.4 皂甙的提取:分别称取蒺藜50g(打碎)按上述回流法(95%、70%、50%乙醇)、渗漉法(70%、50%乙醇)、水煮醇沉法提取的浸膏,分别加适量水,分别用乙醚50、40、30、30、20ml萃取至无色,弃掉醚液,再用正丁醇50、40、30、30、20ml提取,合并正丁醇提取液,回收正丁醇,将药液蒸干至恒重,得皂甙。见表1。

表1 蒺藜不同提取工艺干浸膏、皂甙得量、收得率比较

	蒺藜	干浸膏得量	收得率	皂甙得量	收得率
	(均50g)	(g*)	(%)	(%)	(%)
回流法	95%乙醇	4.06	8.11	1.12	2.24
	70%乙醇	3.96	7.91	1.42	2.82
	50%乙醇	5.03	10.06	1.04	2.08
渗漉法	70%乙醇	3.54	7.11	0.80	1.60
	50%乙醇	4.00	8.03	0.53	1.06
水煮醇沉法	水煮液加2倍95%乙醇	2.63	5.27	0.45	0.90

* 干浸膏得量为3次平均值

2.2 蒺藜不同提取工艺中海柯皂甙元的含量测定比较:本实验用蒺藜皂甙——海柯皂甙元作对照品,比较蒺藜上述不同提取方法蒺藜皂甙的含量。

*Address: Li Shuzhen, Institute of Basic Theory, China Academy of Traditional Chinese Medicine, Beijing

2.2.1 仪器和药品：薄层扫描仪，岛津CS-910，微量点样管1、3、5 μ l。试剂均为分析纯。硅胶GF₂₅₄，薄层板20×20cm（青岛海洋化工厂）。对照品：海柯皂甙元0.5mg/ml。

蒺藜样品：①②③分别为95%、70%、50%乙醇回流法干浸膏的水解物，④⑤分别为70%、50%乙醇渗漉法干浸膏的水解物，⑥水煮醇沉法干浸膏的水解物。

上述①~⑥样品的浓度均相当为2g/ml的生药量。

2.2.2 样品的提取方法：分别称取蒺藜25g，用上述回流法（3种乙醇浓度），渗漉法（2种乙醇浓度），水煮醇沉法，提取，浓缩，于水浴上蒸干，80℃以下干燥至恒重得干浸膏。

分别精密称定上述恒重（约相当4g生药）的干浸膏，于磨口三角瓶中，分别加95%乙醇20ml振摇，用稀盐酸调pH=3，水浴上水解1h时取出过滤，滤液水浴上蒸至无醇味，加适量蒸馏水溶解并转移至分液漏斗中，分别分次用二氯甲烷25、25、10ml振摇，合并二氯甲烷液，分别于水浴上蒸干，定溶于二氯甲烷-甲醇（1:4）2ml溶液中。

2.2.3 薄层扫描条件：显色剂：茴香醛-硫酸溶液〔茴香醛-冰醋酸-硫酸（1:50:1）〕。

展开剂：环己烷-乙酸乙酯（5:3）。

将对照品（1 μ l，3 μ l，5 μ l），样品（均为3 μ l），分别点于GF₂₅₄薄层板上，将展开剂饱和15min后，展开，挥去溶剂，显色后于60℃烘烤5min，与海柯皂甙元相应点均显黄色，对各斑点进行光谱扫描。在 $\lambda_s=425$ ， $\lambda_R=700$ nm，可见光，线性扫描狭缝6.8×1.25mm，背景补偿，Sx=3，测得对照品和样品的轮廓扫描，外标两点法进行测定，结果见表2。

表2 蒺藜不同提取工艺海柯皂甙元含量测定结果比较

含 量 (mg/100g)	回流法(乙醇)			渗漉法(乙醇)		水煮醇沉法
	95%	70%	50%	70%	50%	
海柯皂甙元*	17.95	22.10	15.31	17.40	12.98	9.04
平均浓度 $\bar{X}$	1.0789	1.3308	0.2521	1.0490	0.3699	0.1805
标准差S $\bar{x}$	0.0387	0.0527	0.0059	0.0229	0.0258	0.0103
变异系数CV%	3.591	3.958	2.359	2.179	6.988	5.667

* 注：以上各值均为4份样品的平均值。

3 小结与讨论

3.1 表1、2表明蒺藜用回流法提取工艺较渗漉法、水煮醇沉法的干浸膏、皂甙的得量、收得率、海柯皂甙元的含量均高。

3.2 表1、2还表明，蒺藜回流法提取中，70%乙醇回流较95%、50%乙醇提取皂甙、海柯皂甙元含量均高，说明70%乙醇回流提取蒺藜皂甙为最佳提取工艺。

3.3 表1中50%乙醇回流提取的干膏较95%、70%得量高，但单从干膏一项指标不能说明皂甙得量高，因为50%乙醇提取较95%、70%乙醇极性大，水溶性物质提取也多，故干膏得量高，还必须从皂甙得量及海柯皂甙元的含量多少来确定。实验说明，70%乙醇回流提取的皂甙得量高含量也高。

3.4 蒺藜用95%乙醇回流提取的干膏中油性物质较多，油膏二部分必须混合均匀，否则给含量测定的准确性造成一定困难。

参 考 文 献

1 徐炳声. 药学报, 1960(3): 109

2 钱本余. 中成药, 1990(11): 34

(1993-08-03收稿)