

绞股蓝总皂甙提取工艺研究与改进

陕西中医学院(咸阳 712083) 赵争胜* 任宏峰

陕西中药研究所 邢黎明

陕西中医学院附院 马宗会

摘要 绞股蓝总皂甙提取工艺有醇法和大孔树脂法,均不理想。作者以醇法为基础,对提取工艺及有关参数进行改进,经中试生产证明可行。

关键词 绞股蓝总皂甙 提取工艺

绞股蓝总皂甙系从葫芦科植物绞股蓝 *Gynostemma pentaphyllum* (Thunb) Makino 的全草中提取的总皂甙,具降血脂等多种药理临床作用^[1]。绞股蓝总皂甙的提取方法目前报道的有两类:一是“通法”提取^[2~8],即用适当浓度乙醇(或甲醇)提取药材,乙醚(或石油醚)脱脂后,再以水饱和的正丁醇(或乙酸乙酯)进行液-液两相萃取,得绞股蓝总皂甙;二是“大孔吸附树脂法”^[1,8~10],即将药材水提取,提液滤过,滤液通过大孔吸附树脂柱,再依次用水、甲醇或乙醇进行梯度洗脱,制得绞股蓝总皂甙。上述两类提取方法在实际生产中均存在许多不够理想之处,如“通法”生产过程长,有机溶媒用量多而危险大,且操作繁复,成品杂质多,易吸湿受潮等;大孔吸附树脂法操作技术要求高,生产设备投资大,树脂再生较复杂且成本高,水提液过滤要求严(不能有混悬物)生产中不易达到,成品脂溶性杂质多而亲水性差等。本文笔者结合中药厂生产实际,利用中药生产的常用设备,在“通法”提取的基础上,对提取工艺及有关参数进行了研究和改进,并经中试生产(投料100kg)证明是可行的。

1 实验材料、试剂与仪器

绞股蓝药材(购自陕西省平利县绞股蓝栽培基地),绞股蓝总皂甙对照品(陕西省药检所,陕西省安康地区中药厂提供),试剂均系分析纯,硅胶G(青岛海洋化工厂出品),721型分光光度计(上海分析仪器厂)。

2 提取工艺

药材切短段(1cm左右),加0.5%碳酸钙细粉,加水煎煮提取3次,每次加水10倍量,煎煮1h,提液滤过,合并,浓缩至相对密度1.15~1.20(50℃),趁热于搅拌下缓缓加入2倍量95%乙醇,静置10h,滤过,沉淀用65%乙醇洗涤,抽滤,滤液合并,减压回收乙醇并浓缩至相对密度1.35以上(近干),加入相当于药材投料1/5量水饱和的正丁醇,60~70℃搅拌提取30min,静置分层,收集上层正丁醇提液,下层再如上以水饱和的正丁醇提取2次,合并正丁醇提液,将正丁醇提液用1/10量0.2%NaOH溶液振荡洗涤2次,静置分层,碱水层弃去,正丁醇层再用适量水洗至pH7,水层弃去,正丁醇层减压回收溶媒,浓缩物减压干燥,粉碎,即得绞股蓝总皂甙。

3 结果与讨论

3.1 经对绞股蓝总皂甙进行溶解性试验,证明热水对其有较好的溶解性,并且,水提有下述两方面优点:a)工业生产用水做溶媒经济,操作简单安全且无须特殊设备;b)水提液脂

*Address: Zhao Zhengsheng, Shanxi College of Traditional Chinese Medicine, Xianyang

溶性杂质少,便于后续工艺分离皂甙,且皂甙成品纯度好,故选用水为提取溶媒。

经对水提取率进行考察,其3次总提率可达95%以上,依次为48.3%、36.5%、11.6%。为减少浓缩体积,在工业生产中可考虑将第三次水提液用于套煎。

3.2 加入碳酸钙可起两方面作用:a)使提液pH值维持在7~7.5(原液pH值为5~5.5),防皂甙长时间受热而水解。经对绞股蓝皂甙进行水解试验,表明绞股蓝总皂甙在pH5~5.5的酸性水溶液中,加热煮沸1h,即产生明显沉淀,而在pH7~7.5的碱性水溶液中加热煮沸3h尚未见沉淀产生。b)通过比较试验,表明加入碳酸钙者皂甙色泽较浅(浅黄绿色),不加者色泽较深(棕黄色)。

3.3 乙醇除杂所选浓度(65%),是根据对绞股蓝总皂甙的溶解性试验结果而定,65%乙醇的溶解度最大。

“醇沉”时,杂质沉淀对皂甙有一定吸附,经测试其损失率约为总量的5%~6%,但经65%乙醇洗涤沉淀1次后,其损失可降低至2%~3%。

3.4 本提取工艺将“通法”中乙醚(或石油醚)脱脂省去,是因为采用本工艺提取,脂溶性杂质质量极微,经对乙醚提液测试,其量仅占总皂甙的1%左右,且乙醚等有机溶媒在生产中极不安全,工业生产所需设备复杂,操作较难,故省去。

3.5 本工艺将“通法”中水饱和正丁醇液一液萃取改成正丁醇60~70℃加热溶解提取,其优点为:a)溶媒利用率高,用量小;b)提取效率高,速度快、省时间;c)设备简单,便于操作。

3.6 碱水洗涤可提高总皂甙的纯度,改善成品色泽,降低成品引湿性。此步操作总皂甙虽稍有损失(损失量约占总量5%),但纯度明显提高,经测定^[1],含量从84%提高至93%以上;又经薄层试验^[1],碱处理者薄层图谱斑点位置、颜色与对照品完全一致,而原来的黄色背景消失。

3.7 总皂甙提得率因原料购进时间不同而不等,最低1.2%,最高2.5%,但成品对原料含皂甙量的提取相对得率均在89%~92%之间(提料是10~100kg)。

参 考 文 献

- | | |
|---|----------------------------------|
| 1 中华人民共和国卫生部标准(试行)WSY-X ₁ -0001-90 | 6 曾宪武,等.现代应用药学,1990,7(1):41 |
| 2 北京医学院等编.中草药成分化学.北京:人民卫生出版社,1980.453 | 7 何心亮.中成药,1987,18(10):15 |
| 3 陈晓亮,等.中成药研究,1978(10):29 | 8 李兆龙.中草药,1990,12(2):47 |
| 4 张雪香,等.白求恩医科大学学报,1990(16):46 | 9 中国医科院药研所植化室.中草药,1980,11(3):138 |
| 5 归筱铭,等.中草药,1988,19(12):39 | 10 章 谦,等.中国中药杂志,1989,14(9):39 |

(1994-11-25收稿)

安徽省高校科技函授部总部中医大专班招生

总部经省教委批准面向全国招生。开设十二门高等中医院校函授课程。由专家教授根据高等教育中医自学考试全面辅导和教学。凡高中或初中以上均可报名。来函至236000安徽阜阳高函办《总部招办》,备有简章。