

高山红景天苷提取新工艺[△]

大连理工大学生物工程系生物化工研究所(116012) 王威* 刘传斌 修志龙

摘要 采用微波破壁法从高山红景天根茎中提取红景天苷, 该方法具有快速、高效、安全、节能等优点。与传统的乙醇回流提取相比, 该方法在保持较高的提取率的同时, 大大缩短了提取过程所用的时间, 并且显著降低了提取液中杂蛋白的含量。

关键词 高山红景天苷 微波破壁 中药提取

珍贵药用植物高山红景天 *Rhodiola sachalinensis* A. Bor 为重要的中草药药材, 已确认它的主要药用成分是红景天苷(salidroside)。红景天苷具有类似人参的作用, 同时, 高山红景天中还含有苷元酪醇(tyrosol)和超氧化物歧化酶(SOD)等生物活性物质, 以及丰富的人体所需的氨基酸和微量元素^[1]。因此作为营养保健品和药品, 红景天制剂具有广泛的应用开发前景。

1 实验材料和方法

1.1 实验材料: 高山红景天采自吉林长白山区, 用于研究的是经干燥后的根茎。其它化学试剂均为分析纯。

1.2 实验方法: 称取红景天根茎, 加适量水浸泡一段时间后, 微波处理 1 min, 取出再加水常温浸提数分钟, 得到红景天苷提取液。

1.3 检测方法: 红景天苷的浓度测定采用重氮化试剂显色测定酚羟基的比色法^[2], 其提取量用单位质量药材提出的红景天苷的量表示, 即提取率(g/g); 可溶性蛋白质的测定采用考马斯亮蓝法^[3], 以小牛血清白蛋白作标准蛋白。

2 实验结果和讨论

我们从干药材加水浸泡时的加水量、浸泡时间, 药材粒度、厚度, 微波处理时间以及处理后加水提取时的加水量、提取时间、次数等方面对微波法从高山红景天根茎中提取红景天苷进行了系统的研究, 结果介绍如下。

2.1 预处理过程中加水量的影响: 加水浸泡的目的是为了让失水的细胞吸水膨胀, 最大限度地吸收微波能, 从而有利于细胞破碎, 实验结果如图 1 所示。由图可以看出, 随着水料比的增大, 红景天苷的提取率逐渐增大而最后趋于稳定, 这是因为水太少细胞不能达到完全膨胀, 不利于红景天苷的释放。对于红景天苷的提取来讲, 适宜的水料比为 4:1。

实验条件: 药材粒度 26~85 目, 浸泡 2 h, 厚度 10 mm, 微波处理 5 次, 每次 30 s, 以 10 倍体积水提 10 min。

2.2 浸泡时间的影响: 图 2 是浸泡时间对红景天苷提取率影响的实验结果。由图可知浸泡 30 min 提取率最大, 延长浸泡时间提取率反而下降。这是因为对于某些苷类来讲, 胞内同时存在着与其相应的水解酶, 浸泡时间过长, 部分苷会被水解掉, 红景天苷即属此类情形。一般地说, 如果胞内无降解目标产物的

* Address: Wang wei, Institute of Biochemical Engineering, Department of Bioengineering, Dalian University of Technology, Dalian

[△]辽宁省自然科学基金资助项目

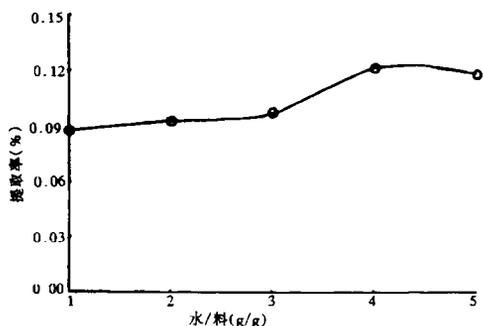


图1 预处理水料比对红景天苷提取率的影响

酶,那么适当延长浸泡时间是有益的。

实验条件:水料比为4:1,其它条件同

图1

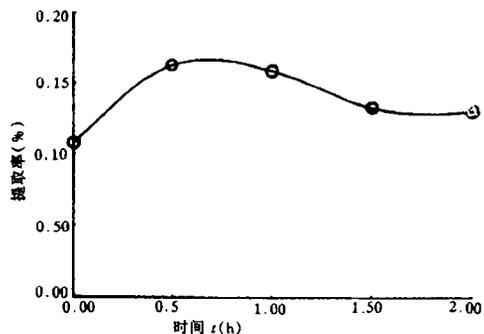


图2 预处理浸泡时间对红景天苷提取率的影响

2.3 物料厚度的影响:微波是波长较短的电磁波,本实验所用微波频率为2450 MHz,相应的波长为122 nm,在此长度范围内微波的穿透力是极强的(药粉厚50 mm)。这与输出功率、时间及药材粒度等因素有关。本实验考察的药材厚度(≤ 16 mm),红景天苷的提取率没有显著变化,如图3所示。实验中功率输入充足,处理时间也足够长(2.5 min)。

实验条件:水料比为4:1,浸泡30 min,其它条件同图1

2.4 提取剂用量的影响:药材经微波处理后加水浸提(水提),产物在水中很快就达到溶解平衡。随着新鲜溶剂(水)用量增加,溶解出来的红景天苷也增多,如图4所示。但是过多的水提液会给后续的浓缩及分离纯化带来负担,理想的情况是产物浓度越高水提液体积越小越好。研究表明水提过程中采用少量多

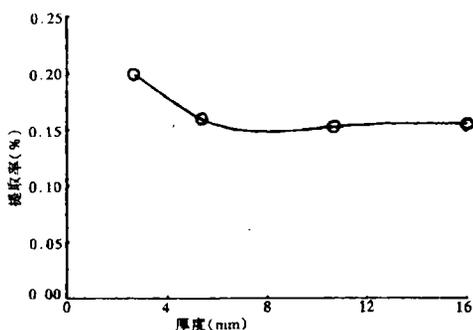


图3 物料厚度对红景天苷提取率的影响

次的方法可以达到上述目的。如图所示,用20 mL水提取2次(*),红景天苷的得率与40 mL水提取一次相当,而水提液的体积却减少一半,也就是说产物浓度提高一倍。

实验条件:同图3

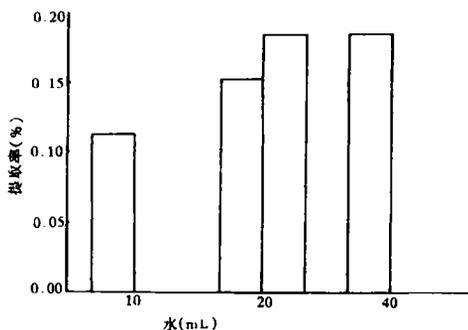


图4 提取剂用量对红景天苷提取率的影响

2.5 不同提取方法的比较:由表1可以看出,微波处理水提法(A)的产物得率与乙醇回流法(B)接近,它们明显高于用乙醇(C)或水(D)作溶剂的加热蒸煮法;而杂蛋白的浓度则相反,前两者的浓度明显低于后两者。经典的索氏乙醇提取中水溶性蛋白质的浓度是微波水提的1.6倍,而提取时间则长得多,能耗也就大得多。

表1 不同方法提取红景天苷的比较

提取方法	A	B	C	D
提取率(%)	0.193	0.189	0.141	0.160
杂蛋白量(mg/g)	9.04	14.54	61.10	37.33

A:微波处理1.5 min,10 mL水提两次,每次5 min;B:70%乙醇回流提取2 h;C:70%乙醇热蒸煮两次,每次30 min;D:水煮两次,每次30 min。

或水(D)作溶剂的加热蒸煮法;而杂蛋白的浓度则相反,前两者的浓度明显低于后两者。经典的索氏乙醇提取中水溶性蛋白质的浓度是微波水提的1.6倍,而提取时间则长得多,能耗也就大得多。

3 结论

微波技术应用于生物胞内耐热物质的分离提取具有显著的特点,在分析方面体现了操作简便、快速、高效的优点,在实际生产过程中具有安全、节能的潜力。本文研究的从高山红景天根茎中提取红景天苷就反映出上述特点,用70%乙醇溶液回流提取2h从高山红景天根茎中得到的红景天苷与微波处理1.5min水提10min的结果相当,而杂蛋白的浓度前者是后者的1.6倍。

高山红景天根茎中其它成分的提取本文未做考察,微波处理是否影响药物的药理作用尚待进一步研究。

本科生段大文同学参加了实验工作。

参考文献

- 1 许建峰,等. 中草药,1998,29(3):202
- 2 许建峰. 大连理工大学博士论文,1997年
- 3 Bradford M. Anal Biochem, 1976,72:248

(1998-11-02 收稿)

o-T 比色法测定无花果中糖类化合物的实验研究[△]

新乡医学院化学教研室(456003) 张积霞* 贺志安 席荣英 王东霞

摘要 建立了*o*-T比色法测定无花果中糖类化合物的含量测定方法,波长630nm,线性范围0.2~2mg/mL, RSD=4.6%,回收率99.47%。该法显色灵敏,不必沉淀蛋白质,不受还原性物质的干扰,较其它方法操作简便,方法特异,准确,重复性好。既能测定总糖,还能测定还原糖,从而间接地得出多糖的含量,适用于中草药中糖类化合物含量的测定。

关键词 无花果 糖类化合物 *o*-T比色法

无花果 *Ficus carica* L. 为桑科榕属植物,具有健胃消肠,消食解毒之功效。其果实含有抗癌有效成分^[1~4]和多种营养成分。其中糖类化合物是主要营养成分之一。目前糖的测定方法已有报道^[5~7],但有的只能测定总糖,不能排除还原性物质的干扰或操作繁琐或结果误差大等。我们采用邻甲苯胺法测定无花果中糖类化合物含量,结果满意。

1 仪器及试剂

CL-770分光光度计(日本岛津),7230型分光光度计(中国上海)。

样品为采自河南省豫北地区的无花果熟果、幼果及叶的烘干粉末(60~100目)。所用试剂均为分析纯,标准品:葡萄糖2mg/mL。

o-T试剂:940mL冰乙酸中加入1.5g

硫脲,60mL邻甲苯胺混合,直至硫脲完全溶解,置棕色瓶中,室温保存24h后使用。

2 方法与结果

2.1 实验方法:取样品1mL,加入*o*-T试剂5mL,沸水浴30min,取出冷水冷却,于630nm处,用0.5cm比色皿,以试剂空白调零测吸收度值。

2.2 条件实验

2.2.1 吸收光谱测定:葡萄糖标准品与*o*-T试剂显色稳定后在CL-770分光光度计上测定吸收光谱,如图1所示,波长宽度(325~1100nm)。由图可知,葡萄糖与*o*-T试剂反应后的最大吸收峰在630nm处。

2.2.2 显色时间及稳定性:取试管7支均加水解液1mL、*o*-T试剂5mL混匀置沸水浴

* Address: Zhang Jixia, Xinxiang Medical College, Xinxiang

张积霞,女,33岁,河南新乡医学院临床医学本科毕业,实验师,1987年分配至新乡医学院化学教研室从事教学和科研工作,曾获厅级科研成果奖两项,在正式刊物上发表学术论文7篇。目前研究的方向:中草药有效成分的分析 and 有机配合物的合成。

[△]河南省科委资助课题