

生大量泡沫,严重影响挥发油的提取速率和得率。经过试验,发现颗粒状药材更易产生泡沫,而粉末状药材产生的泡沫会比较少,另外,在提取时增加蒸馏水的量,也可减少泡沫的产生。

经比较,4 h 挥发油的提取较完全。在提取 2 h 后,应将收集管中乙酸乙酯层吸出置于容量瓶中,再加入适量继续提取,最后将 3 次提取的挥发油合并,防止乙酸乙酯层过饱和。

用高效毛细管柱气相色谱程序升温法分离姜黄属植物根茎挥发油结果较为理想。实验选用的内标为正十三烷,因为在此气相色谱条件下,正十三烷在 7 min 左右出峰,不受样品峰的干扰。

中药材蓬莪术、桂莪术、郁金与姜黄均来源于姜科姜黄属多种植物的根茎和块根。入药部位郁金多

为块根,莪术主要用主根茎而姜黄主要用侧根茎^[1]和块根。这样就造成 1 种药材有数种植物来源,由于种间化学成分不同,品质相差较大。为了保证中药质量和合理用药,建议临床用药时根据药材中有效成分的含量确定。

参考文献:

[1] 许洪霞,郑淑沈,左士贤,等. 温莪术抗肿瘤有效成分的研究 [J]. 中草药通讯, 1979, 10: 433-437.

[2] 中国医学科学院药物研究所编辑. 中草药现代研究 [M]. 北京: 中国医科大学中国协和医科大学联合出版社, 1992.

[3] 方洪钜,余竟光,陈毓亨,等. 我国姜黄属植物的研究 II [J]. 药学报, 1982, 17(6): 441-446.

[4] 陈毓亨,方洪钜,余竟光,等. 我国姜科药用植物的研究 [J]. 中药材, 1986, 4: 20-24.

[5] 梁文法. 莪术挥发油研究 II. 薄层扫描法测定温莪术挥发油中莪术醇和莪二酮的含量 [J]. 药物分析杂志, 1985, 5(3): 136-138.

正交试验法优选从豆制品下脚料中提取大豆皂苷的工艺

陈燕军,张毅贞,卢汝梅,戴航,李健*,迟嘉松*

(广西中医学院,广西 南宁 530001)

摘要: 目的 优选从豆制品下脚料中提取大豆皂苷的最佳提取工艺条件。方法 通过正交试验,以紫外分光光度法测定总皂苷含量为指标,对提取工艺进行考察。结果 影响回流提取的主要因素为乙醇浓度;影响渗漉提取的因素依次为乙醇浓度、溶媒量和渗漉速度。结论 最佳提取工艺条件为 8 倍量 60% 乙醇,热回流 1 次 2.5 h

关键词: 豆制品下脚料;大豆皂苷;提取工艺;正交设计;紫外分光光度法

中图分类号: TQ 461 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)07-0602-03

Optimization of processes for recovery of soyasaponins from bean product waste by orthogonal design

CHEN Yan-jun, ZHANG Yi-zhen, LU Ru-mei, DAI Hang, LI Jian, CHI Jia-song

(Guangxi University of TCM, Nanning Guangxi 530001, China)

Abstract Object To optimize the process for the recovery of soyasaponins from bean product waste. **Methods** Conditions for the recovery were studied by orthogonal design guided by the yield of soyasaponins as determined by UV absorbance. **Results** The most influential factor in the recovery by refluxing was the concentration of alcohol; while in the recovery by percolation the influential factors were in the order of concentration of ethyl alcohol, amount of alcohol used and the rate of percolation. **Conclusion** The optimal recovery process was found to be a single reflux with eight times of 60% alcohol for 2.5 h.

Key words bean product waste; soyasaponins; extraction process; orthogonal design; ultraviolet spectrophotometry

黄大豆为豆科植物大豆 *Glycine max* (L.) Merr. 的种皮黄色的种子,富含蛋白质、脂肪及碳水

化合物,尚含胡萝卜素、维生素及烟酸等,并含异黄酮类、皂苷类。在脱脂的大豆粉中,皂苷含量约

* 收稿日期: 2000-09-14
基金项目: 广西壮族自治区卫生厅 1999 年青年基金课题
作者简介: 陈燕军 (1970-) 女, 湖南长沙人, 现为 中国中医研究院中药研究所 2000 级博士, 主要研究方向: 中药新制剂的开发与研制。
* 广西中医学院药理学系 2000 届本科毕业生

0.6%^[1],大豆皂苷有多种生理活性和明显的免疫调节作用^[2]。我们从豆制品下脚料豆渣中提取大豆皂苷,以紫外分光光度法所测总皂苷含量为指标,采用正交试验对渗漉提取的乙醇浓度、溶剂用量、渗漉速度与回流提取的乙醇浓度、溶剂用量、提取时间及次数等条件进行了选择,优选出最佳工艺,以期为制剂开发提供依据

1 仪器与材料

UV-160紫外分光光度计,AEU-210电子分析天平(日本岛津),豆渣,AB-8大吡吸附树脂(天津南开大学化工厂),层析用硅胶(上海五四化学试剂厂),试剂均为分析纯

2 方法与结果

2.1 实验设计:鉴于回流和渗漉两种提取方法的考察指标不宜列入一个正交表中进行考察,故将试验分为两个 L₉(3⁴)正交表进行。然后进行比较选出最佳工艺。考察因素及具体水平见表 1

表 1 考察因素及水平

因素	水平			
	1	2	3	
渗漉	乙醇浓度 % (A)	40	60	80
	溶剂量 倍 (B)	5	7	9
	流速 mL/min (C)	1	2	3
回流	乙醇浓度 % (A)	0	50	70
	溶剂量 倍 (B)	8	10	12
	时间及次数 h (C)	2.5	2.5; 1.5	2.5; 1.5; 1

2.2 供试品的制备:取 10 g 干豆渣以 6 倍量溶剂浸泡 12 h,然后依正交表设置条件进行渗漉或回流提取,提取液回收乙醇后,水浴浓缩至无醇味,上样,经预处理后的大孔树脂^[3]柱净化后定容至 100 mL,冷藏

2.3 对照品的制备^[4]:取豆渣 50 g,50% 乙醇回流,回收乙醇后,乙酸乙酯脱脂,正丁醇萃取,上硅胶柱,然后丙酮重结晶两次。称取结晶约 0.01 g,精密称定,乙醇定容至 100 mL,备用。

2.4 含量测定^[5]

2.4.1 测定波长的选择:取对照品溶液适量,挥尽溶剂,加新配制的香草醛-冰醋酸溶液 0.2 mL,高氯酸 0.8 mL,于 70℃ 水浴加热 15 min,取出置冰浴中,加冰醋酸 4 mL 摇匀,以溶剂加显色试剂作空白,测定吸收曲线,在 600.5 nm 处有最大吸收,选为测定波长

2.4.2 显色稳定性:精密移取 0.8 mL 对照品溶液 10 份,加显色试剂后于 60℃ 和 70℃ 水浴中各 5 份,显色后每 10 min 测定 1 支试管吸光度。结果显

示 20~ 50 min 内吸光度稳定,70℃ 样品只有 1 个吸收峰。选用 70℃ 水浴,显色后 30 min 测量

2.4.3 标准曲线的绘制:精密吸取对照品溶液 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 及 1.2 mL,挥尽溶剂,按 2.4.1 项下显色、测定。以浓度为横坐标,以吸收度为纵坐标,得标准曲线回归方程: $Y = -0.0068 + 7.037X$, $r = 0.9996 (n = 5)$,线性关系良好。

2.4.4 供试品的测定:精密吸取供试品液 1 mL,水浴蒸干,依 2.4.1 项下显色、测定

2.5 结果与分析:见表 2~ 4

表 2 L₉(3⁴)正交设计表及实验结果

因素	因素				百分含量	
	A	B	C	D	渗漉法	回流法
试验号	1	1	1	1	0.635	0.600
	2	1	2	2	0.625	0.575
	3	1	3	3	0.730	0.570
	4	2	1	2	0.875	0.940
	5	2	2	3	1.02	1.00
	6	2	3	1	1.07	0.910
	7	3	1	3	0.805	1.34
	8	3	2	1	0.965	1.225
	9	3	3	2	0.865	1.39
渗漉法	I	1.99	2.315	2.67	2.52	
	II	2.965	2.61	2.365	2.50	$\Sigma X_i = 7.59$
	III	2.635	8.655	2.555	2.57	$G = 6.4009$
	SS ₁	0.016395	0.02362	0.01582	0.00087	
回流法	I	1.745	2.88	2.735	2.99	
	II	2.85	2.80	2.905	2.825	$\Sigma X_i = 8.55$
	III	3.955	2.87	2.91	2.735	$G = 8.1225$
	SS ₂	0.81402	0.00127	0.00662	0.01115	

注: I 为水平 1 的百分含量总和; II, III 为水平 2, 3 的百分含量总和; SS₁ 为离差平方和

表 3 渗漉法的方差分析结果

方差来源	自由度	离差平方和	均方	$F = S_i / S_E$	P 值
A	2	0.016395	0.081975	188.4	< 0.01
B	2	0.02362	0.01181	27.1	< 0.05
C	2	0.01582	0.00791	18.2	> 0.05
误差 (D)	2	0.00087	0.000435		

注: $F_{0.05(2,2)} = 19.00$; $F_{0.01(2,2)} = 99.00$

表 4 回流法的方差分析结果

方差来源	自由度	离差平方和	均方	$F = S_i / S_E$	P 值
A	2	0.81402	0.40701	73.0	< 0.05
B	2	0.00127	0.000635	0.11	> 0.05
C	2	0.00662	0.00331	0.59	> 0.05
误差 (D)	2	0.01115	0.005575		

注: $F_{0.05(2,2)} = 19.00$; $F_{0.01(2,2)} = 99.00$

2.6 结论: 优选出渗漉法最佳工艺为 A₂B₃C₁, 回流法最佳工艺为 A₃B₃C₁。增加 70% 乙醇进行渗漉和 60% 乙醇进行回流提取, 与原有试验组成 L₄(2³) 正交试验考察最佳工艺, 结果见表 5 因素 E 为提取方法, D 为误差列。在本实验考察范围内得出的最佳

工艺为以 8 倍量 60% 乙醇回流提取 1 次 2.5h

表 5 $L_4(2^3)$ 正交设计表及实验结果

试验号	E	A	D	百分含量
1	1	1	1	0.985
2	1	2	2	1.07
3	2	1	2	1.34
4	2	2	1	1.39
I	2.055	2.325	2.375	
II	2.73	2.46	2.41	$\sum X_i = 4.785$
SS	0.1139	0.00455	0.0003	$C = 5.72406$
F	379.7	15.2		
P	< 0.05	> 0.05		

注: $F_{0.05(1,1)} = 161.4$, $F_{0.01(1,1)} = 4025$

3 讨论

3.1 豆渣吸水后体积膨胀,为消除对实验产生的影响,经过试验提取前先以 6 倍量溶剂浸泡

3.2 正交表中各水平是参考文献报道^[6,7]、皂苷性质及预试验结果,综合考虑后选择的。

3.3 最佳方案为 60% 乙醇, 8 倍量, 回流提取 1 次

2.5h 从皂苷易溶于水和醇的性质看, 60% 为最佳浓度是合理的。溶剂量对提取效果不存在显著影响的原因可能是因为皂苷含量小, 溶剂量因素在此范围内不能产生显著影响, 也可能是水平跨度不够造成的。这些因素还有待继续考察

参考文献:

- [1] 江苏新医学院. 中药大辞典 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1977.
- [2] 王章存. 大豆皂苷的研究进展 [J]. 中草药, 1995, 26(11): 607-610.
- [3] 中国医学科学院药物研究所植化室. 大孔吸附树脂在中草药化学成分提取分离中的一些应用 [J]. 中草药, 1980, 11(3): 138-141.
- [4] 陈道峰, 张敏, 邵宇, 等. 皂荚总皂甙的纯化与含量测定 [J]. 中草药, 1995, 26(8): 401-402.
- [5] 常琪, 陈迪华, 斯建勇, 等. 罗汉果中总皂甙的含量测定 [J]. 中国中药杂志, 1995, 20(9): 554-555.
- [6] 张冬平, 李卫民, 白炜, 等. 均匀设计方法在广枣提取工艺中的应用 [J]. 中药材, 1994, 17(4): 32-33.
- [7] 王昌利, 宋小妹. 长梗绞股蓝总皂甙提取工艺研究 [J]. 中成药, 1994, 16(2): 3-5.

苦豆子种子中生物碱的冷浸提取实验研究

秦学功, 元英进*

(天津大学 制药工程系, 天津 300072)

摘要: 目的 考察苦豆子种子中生物碱的冷浸工艺条件。方法 在室温下用稀盐酸水提取苦豆籽中的生物碱, 考查 pH 值、浸提时间、豆籽粉粒度及保持负压、超声波振荡下总碱浸出率, 并对比热浸状况。结果 总生物碱浸出率可达 3.7% 以上。结论 在优选的工艺条件下, 可能提高收率和浸提速度。

关键词: 苦豆子; 生物碱; 冷浸提取; 浸出率

中图分类号: R972.2 TQ461 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)07-0604-03

Studies on extraction of alkaloids in seed of *Sophora alopecuroides*

QIN Xue-gong, YU AN Ying-jin

(School of Chemical Engineering, Tianjin University, Tianjin 300072, China)

Key words *Sophora alopecuroides* L.; alkaloids; extraction under the room temperature; extraction yield

苦豆子是我国西北各地常见的一种野生有毒植物, 其有效成分生物碱含量较高, 种子中含量约 8.11%, 主要为氧化槐果碱、氧化苦参碱、槐定碱、槐果碱、苦参碱、苦豆碱和金雀花碱等 20 余种。大多数单碱对多种生物(如真菌、细菌、昆虫、线虫、哺乳动物包括人类)有多方面的生物活性, 尤其是近来发现的抗癌而又增强免疫力等独特的药理作用, 为

医药界所瞩目^[1]。

生物碱的提取, 通常采用水或稀酸水、醇类和亲脂有机溶剂法。基于该类生物碱中有碱性较弱成分, 稀酸水可使各种生物碱均以盐的形式存在, 有利于提出, 所以选定稀盐酸水浸取。另外, 豆类淀粉含量较高, 不宜热浸^[2], 但现行小规模生产恰是热煮^[3], 不仅能耗高(约占总碱提取成本的五分之一), 煮液

* 收稿日期: 2000-09-29

作者简介: 秦学功(1957-), 男, 黑龙江省勃利县人, 在昆明理工大学生物与化工学院工作, 副教授, 现在天津大学制药工程学在职攻读博士学位。主要研究方向为中草药有效成分的分离纯化、应用开发及中药现代化研究。Tel: 0871-5362427