

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, YUAN 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

色深 粘度大,不利于后继工序处理,而且生物碱浸出率也只有 2.5%左右,而我们用稀酸水冷浸,浸出率可达 3.7%以上

1 实验部分

1.1 实验条件

1.1.1 不同 pH值、不同浸取时间冷浸浸出的生物碱总量比较实验: 1 L三角瓶 5个,各装中粒度苦豆籽粉 180 g,分别加 pH 1.0, 2.0, 3.0, 4.0的稀盐酸水液及常水 (pH约 5.5)各 700 mL,用牛皮纸封口,室温下在摇床上摇动,转速 120 r/min 48h开始各瓶取样,之后每隔 24 h每瓶取样一个,放冷藏冰箱保存,直到每瓶各取 5个样品,薄层扫描法测定每个样品的生物总碱含量。

1.1.2 粗、中、细粒度苦豆粉浸出的生物碱量比较实验: 1 L三角瓶 3个,分别装粗、中、细粒度苦豆粉 180 g,各加 0.4% HCl水液 (pH约 2.5) 700 mL,其余过程与 1.1.1相同。

1.1.3 超声振荡、保持负压与静置冷浸比较实验: 500 mL三角瓶 3个,各装中粒度苦豆粉 100 g,自来水 500 mL。一瓶放入高压蒸气消毒器中,接真空泵保持真空度 0.08 MPa下冷浸;一瓶放入超声波清洗器中超声波振荡冷浸;一瓶静置冷浸,均在室温下。每隔 24 h各取一个样,取样后,滤出浸液,重加 500 mL自来水,比较总生物碱的浸出率及浸出速率

1.1.4 120°C热浸实验: 用 YXQG02型电热式蒸气消毒器,加入中粒度苦豆 1 kg,加自来水 10 L,通电加热至 0.1 MPa(约 120°C),持续 2 h滤出浸出液约 6 L,重加自来水 6 L,持续 1 h,滤出浸液,再重复 1次,每次取一个样品待测。

1.2 浸出量测定

1.2.1 仪器、药品与试剂: 岛津 CS-9301型薄层扫描仪,高效薄层硅胶 G玻板,1 μ L定量点样管。苦参碱、槐果碱、槐定碱、苦豆碱和氧化苦参碱粗品由内蒙金驼药业集团提供,经自行纯化精制,薄层层析均为单一斑点,HPLC分析含量均在 98% 以上。试剂均为分析纯

1.2.2 薄层展开: 薄层板 105°C 活化 1 h,冷浸液直接点样,点样量均为 1 μ L,展开剂为苯-丙酮-甲醇 (9: 3: 2) 在双槽层析缸一侧盛 4 mL展开剂,另侧放一小杯浓氨水饱和 30 min,展开后取出,挥尽溶剂,用改良碘化铋钾试剂喷雾显色,待扫描

1.2.3 扫描检测: 钨灯光源,双波长锯齿扫描, λ_s 为 489 nm, λ_R 为 554 nm,外标两点法定量。

1.3 实验结果: 实验结果浓度 C 平均浓度 \bar{C} 和浸出率 α 数值汇集于表 1, 2, 3, 4 其中浸出率 α 为各组实验浸出的总生物碱重量与所投原料苦豆粉重量百分比

图 1为表 1数据回归曲线 图 2-1为第 3次所取不同 pH值样及两个随行标准样品 B₁与 B₂薄层展开图;图 2-2为热浸各次样品与 B₁薄层展开图。

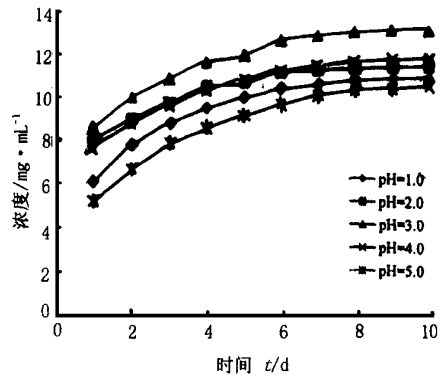
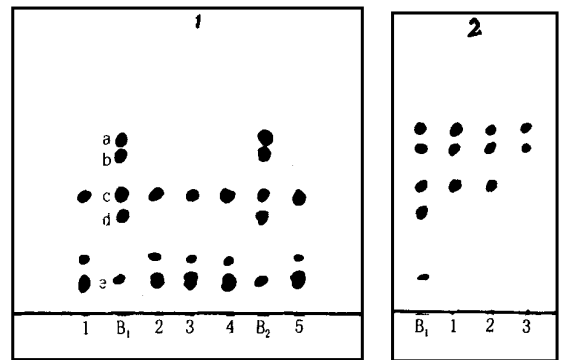


图 1 浸出浓度随 pH变化曲线



B₁-单碱各 1 mg/mL B₂-单碱各 2 mg/mL B₁-单碱各 2 mg/mL
 1-4为 pH1.0, 2.0, 3.0, 4.0稀盐酸水浸样 mL 1-3各次
 5为自来水 (pH5.5)冷浸对照 a苦参碱 热浸样
 b槐果碱 c槐定碱 d苦豆碱 e氧化苦参碱

图 2 薄层展开图 (1为冷浸, 2为热浸)

表 1 不同 pH冷浸实验结果 (%)

| 时间 (d) | pH | | | | |
|-----------|--------|---------|---------|---------|--------|
| | 1.0 | 2.0 | 3.0 | 4.0 | 5.0 |
| 1 | 6.136 | 8.037 | 8.633 | 7.627 | 5.239 |
| 2 | 7.812 | 8.954 | 9.982 | 8.749 | 6.683 |
| 3 | 8.791 | 9.747 | 10.890 | 9.632 | 7.837 |
| 4 | 9.503 | 10.485 | 11.673 | 10.325 | 8.568 |
| 5 | 10.022 | 10.728 | 12.021 | 10.868 | 9.172 |
| 6 | 10.436 | 11.230 | 12.689 | 11.280 | 9.698 |
| 7 | 10.685 | 11.314 | 12.956 | 11.551 | 10.144 |
| 8 | 10.863 | 11.405 | 13.136 | 11.738 | 10.376 |
| 9 | 10.959 | 11.481 | 13.223 | 11.846 | 10.505 |
| 10 | 10.961 | 11.513 | 13.228 | 11.892 | 10.591 |
| \bar{C} | 9.6168 | 10.4894 | 11.8431 | 10.5508 | 8.8813 |
| α | 2.67 | 2.91 | 3.29 | 2.93 | 2.47 |

表 2 不同粒度实验结果 (%)

| 项目 | 粒度 | | |
|----------|---------|---------|---------|
| | 粗 | 中 | 细 |
| C | 10.7974 | 11.2012 | 10.9623 |
| α | 3.00 | 3.11 | 3.05 |

表 3 不同提取方法实验结果 (%)

| 项目 | 方式 | | |
|----------|--------|--------|--------|
| | 静置 | 超声波震荡 | 抽真空 |
| C | 7.387 | 9.018 | 12.362 |
| α | 2.2161 | 2.7054 | 3.7086 |

表 4 热浸实验结果 (%)

| 1 | 2 | 3 | C | α |
|------|------|------|-------|----------|
| 0.86 | 0.44 | 0.27 | 0.523 | 0.942 |

2 结果分析

2.1 从表 1和图 1可以看出,不同 pH值的浸出液中总生物碱含量,以 pH值为 3.0左右为最高,各值下浸出 5d后,总碱浸出量增加趋缓,故应及时置换新酸水以促进浸出。

2.2 表 2的数据表明,粗、中、细不同粒度中以中等粒度豆粉浸出的生物碱总量为最高。

2.3 表 3的数据显示,超声波振荡生物碱浸出效果比静置略好,而保持负压浸出效果最好。

2.4 从图 2能够发现,冷浸出液以氧化苦参碱含量为主,与大多数文献报道数据较为符合,而热浸出液以苦参碱和槐果碱含量为主,有可能是热煮使氧化型碱转化为相应的非氧化型碱。

3 结论

3.1 室温下 120 r/min摇床摇动苦豆粉稀盐酸水浸出生物碱以中粒度、pH3.0左右效果最好。

3.2 室温下,不同方式水浸取中粒度苦豆粉中生物碱的效果比较,摇床摇动较静置为好,超声波振动更好,负压下最好。

3.3 单一方式生物碱浸出率最高为 3.7086% (中粒度、自来水、保持负压),收率仅为 46%,不到一半,优化条件:中粒度、pH3.0稀酸水、保持负压同时搅拌,若能及时将浸出的生物碱移出,如采取离子交换树脂吸附与浸出过程耦合进行,则有可能大大提高收率与浸出速度。

参考文献:

- [1] 仲仁山. 苦豆子的研究及其应用 [M]. 银川: 宁夏人民出版社, 1983.
- [2] 肖崇厚. 中药化学 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1997.
- [3] 赵博光, 严照金, 杨绪, 等. 苦豆草生物碱甲苯提取分离生产工艺的研究 [J]. 中草药, 1980, 11(8): 350-352.

均匀设计法优化黄芩提取工艺

李 展, 高微微, 林文卫, 陈迪华*

(中国医学科学院中国协和医科大学药用植物研究所, 北京 100094)

摘要: 目的 以黄芩苷为主要质量控制指标, 优化出黄芩水提的最佳工艺。方法 利用计算机软件“均匀设计回归分析及优化系统”。结果 最佳工艺为提取 3次, 每次 100 mL水, 提取 30 min。结论 计算机软件“均匀设计回归分析及优化系统”是优化中药提取工艺的一个非常有效的工具。

关键词: 黄芩; 黄芩苷; 均匀设计法

中图分类号: R927.2 TQ461 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)07-0606-02

Optimization of extract processing of *Scutellaria baicalensis* by using computer software “uniform design”

LI Zhan; GAO Wei-wei; LIN Wen-wei; CHEN Di-hua

(Institute of Medicinal Plant Development, Chinese Academy of Medical Sciences and Peking Union Medical College, Beijing 100094, China)

Key words *Scutellaria baicalensis* Georgi; baicalin; homogenized design

黄芩是唇形科黄芩属黄芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi 的干燥根。现广泛用于肺热、咯血、肠炎、

痢疾、黄疸、高血压及化脓性感染等症。我们经试验发现黄芩水提物在较低的浓度下 (6.25 mg/mL) 对

* 收稿日期: 2000-07-02
基金项目: 国家“九·五”攻关项目 (99-009-02-03)