

太子参皂苷提取工艺优选

许 茜,王红芳,周小羽

(东南大学医学院,江苏 南京 210009)

中图分类号: TQ A61

文献标识码: B

文章编号: 0253- 2670(2001) 09- 0799- 02

太子参皂苷是从石竹科药材太子参的干燥块根中提得的活性成分,药理研究表明,它能增强人体免疫力,提高人体抗疲劳能力。国内对太子参的研究尚未见对其皂苷提取工艺的报道,为了更好地开发利用太子参这一传统中药材,我们对太子参皂苷的提取工艺进行了研究,以期优选出简便有效、安全可行的提取工艺。

1 材料、仪器和试剂

材料:太子参药材,购于南京医药公司;人参皂苷 Rb₁对照品,购于与中国药品生物制品检定所。722型分光光度计;试剂均有分析纯。

2 实验与结果

本实验采用3种方法提取,分别为通法、水煎煮法及超声提取法,以皂苷得率为指标,比较3种方法所得结果,并设计正交试验优选水煎煮法和超声提取法的条件。

2.1 太子参皂苷的含量测定

2.1.1 标准溶液的制备:取人参皂苷 Rb₁对照品,加甲醇溶解配制 1.0 mg/mL 的标准溶液。

2.1.2 标准曲线绘制:精密吸取标准液 10, 20, 40, 80, 160 μL,分别置于 10 mL 具塞试管中,用微热风吹去溶剂,加 5% 香草醛冰醋酸溶液 0.2 mL,高氯酸 0.8 mL,混匀,密塞。置 60℃ 水浴中加热 15 min 后立即用流水冷却,加冰醋酸 5 mL,摇匀。对试剂空白于 560 nm 波长处测定吸收值(A),对相应的浓度(C)绘制标准曲线,得回归方程 $C = 0.426 + 54.1A$, $r = 0.9988$ 。

2.1.3 提取物的皂苷含量测定:精密移取所得皂苷的甲醇溶液 50 μL,按 2.1.2 项下自“置于 10 mL 具塞试管中……”起,依法测定吸光值,依回归方程求算 Cx,得率按下式计算:

$$\text{得率}\% = \frac{1.2 \times Cx}{\text{称样量} \times 1000} \times 100\%$$

2.2 通法:称取太子参药材加工成的细粉 2.0 g 置于滤纸筒中,以索氏提取器在 40℃ 水浴中用乙醚脱脂 2 h 后取出滤纸筒,挥干乙醚后再放入索氏提取器内,在 80℃ 水浴中用甲醇提取 3~ 4 h,至硫酸醋酐实验成阴性为止。甲醇提取液减压蒸干后以 30 mL 蒸馏水溶解残渣,以 60 mL 水饱和的正丁醇分 3 次进行萃取,萃取液合并后再以 50 mL 正丁醇饱和的蒸馏水洗涤 1 次。正丁醇减压蒸干,残渣以甲醇溶解并定容至 10 mL,即得待测的皂苷甲醇溶液。所测得皂苷得率为 0.414% ($n = 4$)。

2.3 水煎煮法:水煎煮法选用 $L_9(3^4)$ 正交表进行实验。见表 1。称取太子参药材细粉 2.0 g,加 10 倍量水,按表 1 中的条件煎煮提取。提取液浓缩至一定体积,趁热于搅拌下缓缓加入乙醇至一定醇沉浓度,静置过夜,抽滤,滤液减压蒸干乙醇,按 2.2 项下自“以 30 mL 蒸馏水溶解……”起如法操作,得 10 mL 所提皂苷的甲醇溶液,4℃ 保存待测。每次实验平行做两次,结果见表 2。

根据表 2 的极差 R 的大小,各因素对太子参皂苷提取影响顺序为 A > B > C,即依提取时间、提取次数、醇沉浓度的次序减少。从表中结果得到,各因素的最佳水平为 A₃B₃C₂,得率为 0.669%。由于醇沉浓度对提取结果影响不大,为节省溶剂,降低成本,最后确定最佳水煎煮提取工艺为水煎煮 60 min,煎煮 3 次,醇沉浓度为 60%。

2.4 超声提取法:超声提取法选用 $L_4(2^3)$,见表 3。

表 1 $L_9(3^4)$ 因素分析

因素 水平	提取时间 (A) (min)	提取次数 (B)	醇沉浓度 (C) (%)
1	20	1	60
2	30	2	70
3	60	3	80

收稿日期: 2000-12-24

作者简介:许 茜(1968-),女,山东省日照人,讲师,硕士,主要从事药品及保健食品的色谱研究工作。通讯方法:南京市东南大学医学院公共卫生学院,210009

表 2 水煎煮正交实验及结果

试验号	A	B	C	试验结果 皂苷得率(%)
1	1	1	1	0.170
2	1	2	2	0.181
3	1	3	3	0.416
4	2	1	2	0.302
5	2	2	3	0.363
6	2	3	1	0.537
7	3	1	3	0.452
8	3	2	1	0.515
9	3	3	2	0.669
K ₁	0.767	0.924	1.222	
K ₂	1.202	1.059	1.152	
K ₃	1.636	1.622	1.231	
k ₁	0.256	0.308	0.407	
k ₂	0.401	0.353	0.384	
k ₃	0.545	0.541	0.410	
R	0.289	0.233	0.026	

表 3 L₄(2³)因素水平

因素 水平	提取时间(A) (min)	提取次数(B)	醇沉浓度(C) (%)
1	20	1	60
2	30	2	70

称取太子参药材细粉 2.0 g,加 10 倍量水后按表 3 条件进行超声提取,余下操作按 2.3 项目下自“提取液浓缩至一定体积……”起如法进行,每次实验平行做两次,结果见表 4

根据表 4 中极差 R 的大小,各因素对太子参皂

苷得率的影响大小顺序为 A>B>C,从表中直观地得出的结论是各因素最佳水平为 A₂B₁C₂,即超声提取 30 min 提取 1 次,醇沉浓度为 70%,皂苷得率为 0.731%。

表 4 超声提取法正交实验及结果

试验号	1	2	3	试验结果 皂苷得率(%)
	A	B	C	
1	1	1	1	0.381
2	1	2	2	0.385
3	2	1	2	0.731
4	2	2	1	0.714
K ₁	0.766	1.112	1.095	
K ₂	1.445	1.099	1.116	
k ₁	0.383	0.556	0.548	
k ₂	0.722	0.550	0.558	
R	0.339	0.006	0.010	

3 讨论

3.1 从实验结果直观可见,通法甲醇 1 次性提取 3 h 所得皂苷低于水煮煎法(分 3 次)提取 3 h,且通法生产过程长,有机溶剂用量多而危险大,操作较为繁琐,故可认为水煎煮法提取太子参皂苷更简便,更符合大生产降低成本、安全有效的要求

3.2 从超声提取的正交实验结果可见,超声提取的皂苷得率明显高于水煮煎法,且所消耗时间、提取次数均少于水煮煎法,故若生产条件具备,提倡使用超声波方法提取太子参皂苷。

HPLC法测定康强胶囊中人参皂苷 R_{g1}的含量

刘桂敏¹,赵秀梅¹,张肖洪²

(1. 天津市医药科学研究所,天津 300070; 2. 太原康强生化制药厂,山西 太原 030031)

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)09-0800-02

康强胶囊是由人参、天花粉、龟板、枸杞子等十几味中药提取液加生产用培养基,经光合菌发酵后喷雾干燥制成的胶囊剂,能防止缺硒综合症。用于肿瘤、糖尿病、心血管疾病等,并有促进代谢、增强免疫力、清除自由基的作用。为控制产品质量,我们采用 HPLC 法测定了康强胶囊中人参皂苷 R_{g1} 的含量^[1,2]。

1 仪器与试剂

1.1 仪器:日本岛津 LC-10AV P 高效液相色谱仪,

SPD-10AV P 紫外检测器,Class-V P5.03 软件,预处理柱 Waters 公司 Sep-pack C₁₈

1.2 试剂:人参皂苷 R_{g1}, Re 由中国药品生物制品检定所提供,批号:0703-20015 康强胶囊由太原康强生化制药厂提供。乙腈为色谱纯,甲醇为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件的确定:采用 2000 年版中国药典方法,色谱柱:大连依利特 HYPESIL C₁₈ 分析柱(250 mm×4.6 mm,5 μm),流动相:乙腈-水(0.025% 磷