

磨浆-超声法提取黄姜中薯蓣皂苷元的工艺研究

李冬¹, 李稳宏¹, 韩枫¹, 廉媛², 陈练洪¹, 唐璇²

(1. 西北大学陕西省资源化工应用工程技术研究中心/化工学院, 陕西 西安 710069;

2. 陕西地矿医院, 陕西 西安 710014)

摘要:目的 优化磨浆-超声法从黄姜中提取薯蓣皂苷元工艺条件。方法 采用对黄姜磨浆预处理后超声提取, 再进行酸水解的方法从黄姜中提取薯蓣皂苷元。结果 通过正交试验得到提取过程优化的工艺条件: 磨浆时间 5 min, 超声时间 50 min; 料液比 1 : 18 g/mL。其中料液比和磨浆时间对提取过程影响显著。与传统的直接酸水解法相比, 收率提高了 18%。结论 磨浆-超声法用于黄姜提取具有收率高、污染少、节约能源的特点。

关键词: 黄姜; 薯蓣皂苷元; 磨浆; 超声提取

中图分类号: R286.1

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2007)12-1815-03

Process of extracting diosgenin from *Dioscorea zingiberensis* by grinding starch and ultrasonic extracting method

LI Dong¹, LI Wen-hong¹, HAN Feng¹, LIAN Yuan², CHEN Lian-hong¹, TANG Xuan²

(1. Shaanxi Research Center of Chemical Engineering & Technology for Resource Utilization, College of Chemical Engineering, Northwest University, Xi'an 710069, China; 2. Shaanxi Dikuang Hospital, Xi'an 710014, China)

Abstract: Objective To optimize the experiment conditions in process for extracting diosgenin from *Dioscorea zingiberensis*. **Methods** A new method of grinding starch pretreatment, ultrasonic extracting, and hydrochloric acid hydrolyzing was studied. **Results** The optimal experiment condition was obtained, grinding starch 5 min, ultrasonic extraction 50 min, the ratio of material and solvent was 1 : 18. The ratio of the material and solvent had the greatest effect to the extraction process. Its extraction percentage had been raised 18% compared with the traditional method. **Conclusion** The method has the characteristics of energy-saving with high yield and low pollution.

Key words: *Dioscorea zingiberensis* C. H. Wright; diosgenin; grinding starch; ultrasonic extraction

黄姜系薯蓣科薯蓣属植物盾叶薯蓣 *Dioscorea zingiberensis* C. H. Wright 的干燥根茎, 为我国特有的野生植物资源。其根状茎中所含的薯蓣皂苷元, 具有治疗冠心病、调节新陈代谢、抗高血脂、抗癌、抗高血脂等功能, 同时也是重要的甾体药物原料, 将其“骨架”加以修饰就能合成各种不同的甾体药物。薯蓣皂苷元主要来自于黄姜。目前大部分生产企业都采用传统的直接酸水解法, 即将黄姜直接加入盐酸后水解, 再用石油醚或汽油把薯蓣皂苷元从水解渣中萃取出来, 该法能耗大、收率较低、废水废渣多、环境污染严重。针对以上问题, 本研究采用对黄姜磨浆预处理, 以乙醇为溶剂超声提取, 再水解的方法制备薯蓣皂苷元, 并着重对磨浆-超声提取环节进行工艺条件的优化。

1 仪器与试药

SN-2000 型直插式超声波发生器, 广州辛诺科超声设备公司; Shimadzu UV-265 型紫外分光光度计, 日本岛津公司; X-4 型数字显示显微熔点测定仪, 北京泰克仪器公司; 浆机(自制); 高压釜(自制); 薯蓣皂苷元对照品(质量分数 $\geq 99\%$), 上海君创生物科技有限公司; 黄姜由陕西省旬阳神宝生物科技有限公司提供, 经西北大学生命科学学院李多伟副教授鉴定。

2 方法与结果

2.1 黄姜中薯蓣皂苷元的提取: 采用磨浆-超声提取法^[1]。称量粉碎的黄姜 100 g, 加水磨浆一定时间, 然后称量一定体积分数和乙醇加入烧杯中, 以直插式超声波发生器进行超声处理, 提取两次, 合并滤液并浓缩至 50 mL, 然后同 10 mL 浓盐酸加入圆底烧瓶中, 于 100 °C 水浴中水解 4 h, 加入氢氧化钠调节

收稿日期: 2007-02-21

基金项目: 陕西省科技厅重点攻关项目(04K09-G15); 陕西省教育厅重大产业化项目(04JC03); 西安市科技局工业攻关项目(GG05083)

作者简介: 李冬(1980-), 男, 陕西济川人, 助教, 从事天然有机物开发研究。 E-mail: liwenhong@nwu.edu.cn

pH 值至中性,滤过并将滤渣在 80 ℃下烘干,然后加入石油醚萃取,取 5 mL 提取液定容至 50 mL 后待测,剩余提取液经活性炭吸附去色素后,用甲醇反复重结晶得薯蓣皂苷元。

2.2 薯蓣皂苷元的测定

2.2.1 改良 Liebermann 试剂的配制:取 30 mL 冰醋酸、50 mL 醋酸酐、20 mL 浓硫酸,冰水中混匀后加入 4 g 无水硫酸钠,即得。

2.2.2 标准曲线的绘制:取薯蓣皂苷元对照品 10 mg,用石油醚定容至 50 mL,量取 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0 mL 溶液蒸干,加改良 Liebermann 试剂 5 mL,在 70 ℃水浴中加热 4 min,冰水中冷却 1 min,在 480 nm 测定吸光度。以吸光度对质量浓度进行回归,回归方程为 $C = 0.173 A - 0.001 68$ ($r = 0.999 9$)。线性范围:0.02~0.16 mg/mL。

2.2.3 样品的测定:取薯蓣皂苷元提取液 5 mL 定容至 50 mL,从中取 2 mL 水浴中蒸干,加改良 Liebermann 试剂 5 mL,显色,测定吸光度。根据回归方程计算出待测液质量浓度值,经换算可得产品收率(产品收率=薯蓣皂苷元质量/黄姜干重×100%)。其中实验中所用黄姜原料中薯蓣皂苷元的质量分数为 3.41%。

2.3 正交试验优选工艺参数:首先对磨浆时间、超声提取时间、乙醇体积分数、料液比和提取次数进行了单因素探索,确定了各因素最佳条件分别为:5 min、50 min、50%、1:18 和 3 次。对各因素进行综合考虑,固定乙醇体积分数为 50%,提取次数为 2 次,对磨浆时间(A)、超声提取时间(B)和料液比(C)进行考察,实验方案和结果见表 1。正交分析以空白作对照来计算各因子列的 F 值,方差分析结果见表 2。

表 1 正交试验设计及结果

Table 1 Design and result of orthogonal test

编号	A/min	B/min	C/(g·mL ⁻¹)	空白项	收率/%
1	1(3)	1(35)	1(1, 12)	1	2.12
2	1	2(55)	2(1, 15)	2	2.63
3	1	3(65)	3(1, 18)	3	2.76
4	2(5)	1	2	3	3.08
5	2	2	3	1	3.16
6	2	3	1	2	2.67
7	3(7)	1	3	2	2.98
8	3	2	1	3	2.44
9	3	3	2	1	2.78
I	2.503	2.727	2.410	2.687	
II	2.970	2.743	2.830	2.760	
III	2.733	2.737	2.967	2.760	
R	0.467	0.016	0.557	0.073	

表 2 方差分析

Table 2 Analysis of variance

因素	偏差平方和	自由度	F 值	显著性
A	0.336	2	33.600	$P < 0.05$
B	0.013	2	1.300	
C	0.421	2	42.100	$P < 0.05$
误差	0.01	2		

$F_{0.05}(2,2) = 19.000$

由表 1 和表 2 可知:影响薯蓣皂苷元收率的因素依次为:C>A>B,其中料液比和磨浆时间对提取过程影响显著,确定磨浆-超声提取的优化条件为 A₂B₂C₃,即磨浆 5 min 预处理,超声提取 5 min,料液比 1:18。

2.4 磨浆-超声法与传统提取方法比较:取粉碎的黄姜 100 g,加入 2.5% 盐酸 180 mL,置于高压釜中,于 130 ℃、0.25 MPa 下水解 80 min,然后抽滤并水洗滤渣至中性,滤渣于 80 ℃烘干后,加入一定量石油醚,于索氏提取器中提取 6 h,测定,计算。同时以磨浆-超声提取的最优条件提取 3 批样品,结果见表 3。据文献报道及市场调研,薯蓣皂苷元的熔点为 204~207 ℃,薯蓣皂苷元工业品标准为初熔点 195~205 ℃为合格产品。与传统提取方法相比较,磨浆-超声法收率提高了 18%,盐酸用量降低 90% 以上。

表 3 两种提取法的比较

Table 3 Comparison between two extracting methods

提取方法	薯蓣皂苷元收率/%			熔点/℃
	1	2	3	
磨浆-超声法	3.08	3.21	3.17	203~205
传统提取法	2.53	2.78	2.69	195~201

3 讨论

从微观的角度来看,新鲜黄姜中薯蓣皂苷以小液滴的形式存在于薄壁细胞中,并且有小型维管束分布的基本组织中薯蓣皂苷的积累与分布最丰富^[2,3]。因此,鲜黄姜经过磨浆将植物组织打碎,使富集的皂苷释放出来,有利于薯蓣皂苷元的提取分离。然后利用超声波在溶剂中传播发生的“空化效应”,产生连续不断的高压冲击植物颗粒表面,使植物细胞壁破裂而目标产物释放到提取液中,从而得薯蓣皂苷元。

实验发现相同条件下未进行磨浆预处理时,产品收率仅为 1.51%,而经过磨浆预处理后收率可达 3.08%。原因可能在于磨浆处理后物料颗粒细化,表面积增大,超声波破碎的细胞增多,而且表层细胞不致形成太厚的空壳层,能充分发挥超声波的穿透及空化效应,释放并溶解大量的活性成分,提高了提取率。因此,超声提取黄姜中薯蓣皂苷元,应进行磨浆预处理。

本工艺还可通过将提取渣发酵制乙醇,再以此乙醇为提取溶剂,循环生产,形成资源综合利用的良性循环,若应用于生产中,将不仅能提高产品收率,降低能耗,也能减少环境污染,具有良好的应用前景,对此仍需进一步进行工业化应用研究。

References:

[1] Guo W S, Lin D W. Extraction of dioscorea-spaonin and diosgenin [J]. *Guizhou Chem Ind* (贵州化工), 1996, 2: 14-17.
 [2] Edwards A L. Presence of diosgenin in *Dioscorea batatas* (Dioscoreaceae) [J]. *Econ Bot*, 2002, 56(2): 204-206.
 [3] Cao Y F, Wang T X. Studies on diversity of diosgenin in different part of rhizome of *Dioscorea zingiberensis* in various growing period [J]. *Chin Tradit Herb Drugs* (中草药), 2004, 35(5): 562-565.

混合均一化法对复方丹参提取物质量控制的研究

罗晓芳¹, 莫必琪², 叶颖雅¹, 程翼宇¹ 瞿海斌^{1*}

(1. 浙江大学药学院 中药科学与工程学系, 浙江 杭州 310058; 2. 正大青春宝药业有限公司, 浙江 杭州 310023)

摘要:目的 探索研究复方丹参提取物质量控制技术。方法 在多元指纹图谱质量控制标准下,运用批次混合均一化法,实现复方丹参提取物质量稳定均一化。结果 多批次复方丹参提取物混合后质量明显改善,与标准提取物之间的指纹图谱相似度大于 0.9,指标性成分量相对偏差小于 0.03。结论 批次混合均一化可保证复方提取物质量,为中药生产过程实现指纹图谱质量控制提供了新思路。

关键词: 复方丹参; 指纹图谱; 提取物; 中药质量控制

中图分类号: R286.1

文献标识码: A

文章编号: 0253-2670(2007)12-1817-03

Homogenization for quality control of compound danshen extract

LUO Xiao-fang¹, MO Bi-qi², YE Ying-ya¹, CHENG Yi-yu¹, QU Hai-bin¹

(1. Department of Chinese Medicine Science & Engineering, College of Pharmacy, Zhejiang University, Hangzhou 310027, China; 2. Chatai Qinchunbao Pharmaceutical Co., Ltd., Hangzhou 310023, China)

Key words: compound danshen; fingerprint; extracts; quality control of Chinese materia medica

中药制剂组成复杂,单张指纹图谱往往难以完整表征其整体化学组成。多元指纹图谱是指由多张指纹图谱共同整合而成的,能反映样品完整化学组成特征的指纹图谱,其中的每张指纹图谱均反映了样品部分化学组成特征,利用多元指纹图谱能够更全面、准确地反映中药产品的质量^[1]。目前,由于中药材质量的波动及中药生产过程的粗放操作,最终中药产品质量批次之间往往均一性较差。因此,在多元指纹图谱质量控制标准下,如何保证中药产品质量的稳定均一是中药现代化迫切需要解决的问题。复方丹参提取物的主要成分为丹参水溶性成分和三七皂苷类成分^[2]。本实验对复方丹参提取物在多元指纹图谱质量控制标准下,采用批次混合均一化法^[3],实现了复方丹参提取物质量的均一化。

1 仪器与试剂

Aglient 1100 型高效液相色谱仪;乙腈(色谱纯,Merck 公司),磷酸(分析纯),miniQ 水。复方丹

参提取物(自制,批号 a、b、c、d)。

2 方法与结果

2.1 指纹图谱获取方法^[1]

2.1.1 多元指纹图谱 I 的色谱分析方法:汉邦 C₁₈ 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相为 A(0.02% 磷酸-乙腈)-B(0.02% 磷酸-水)系统;梯度洗脱:0 min, 92%B; 8 min, 82%B; 15 min, 79%B; 35 min, 68.5%B; 36 min, 20%B; 体积流量为 1.0 mL/min; 进样量为 10 μL;柱温 30 °C;检测波长 280 nm。

2.1.2 多元指纹图谱 II 的色谱分析方法:汉邦 C₁₈ 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相为 A(0.01% 醋酸-乙腈)-B(0.01% 醋酸-水);梯度洗脱:0 min, 80%B; 15 min, 65%B; 25 min, 65%B; 40 min, 57%B; 50 min, 57%B; 65 min, 42%B; 75 min, 25%B; 体积流量为 0.8 mL/min; 进样量为 20 μL;柱温 30 °C;检测波长 203 nm。

2.2 样品制备方法

收稿日期:2007-03-31

基金项目:浙江省科技计划项目(2006C33024),新世纪优秀人才支持计划(NCET-06-0515)

* 通讯作者 瞿海斌 Tel/Fax: (0571) 88208428 E-mail: quhb@zju.edu.cn

磨浆-超声法提取黄姜中薯蓣皂苷元的工艺研究

作者: [李冬](#), [李稳宏](#), [韩枫](#), [廉媛](#), [陈练洪](#), [唐璇](#), [LI Dong](#), [LI Wen-hong](#), [HAN Feng](#), [LIAN Yuan](#), [CHEN Lian-hong](#), [TANG Xuan](#)

作者单位: [李冬, 李稳宏, 韩枫, 陈练洪, LI Dong, LI Wen-hong, HAN Feng, CHEN Lian-hong](#)(西北大学, 陕西省资源化工应用工程技术研究中心/化工学院, 陕西, 西安, 710069), [廉媛, 唐璇, LIAN Yuan, TANG Xuan](#)(陕西地矿医院, 陕西, 西安, 710014)

刊名: [中草药](#) **ISTIC** **PKU**

英文刊名: [CHINESE TRADITIONAL AND HERBAL DRUGS](#)

年, 卷(期): 2007, 38(12)

被引用次数: 4次

参考文献(3条)

1. [Guo W S; Lin D W](#) [Extraction of dioscorea-spaonin and diosgenin](#)[期刊论文]-[贵州化工](#) 1996(02)
2. [Edwards A L](#) [Presence of diosgenin in Dioscorea batatas\(Dioscoreaceae\)](#)[外文期刊] 2002(02)
3. [Cao Y F; Wang T X](#) [Studies on diversity of diosgenin in different part of rhizome of Dioscorea zingiberensis in various growing period](#)[期刊论文]-[中草药](#) 2004(05)

本文读者也读过(10条)

1. [张学才](#), [荣先冬](#), [陈冬霞](#), [施红生](#), [ZHANG Xue-cai](#), [RONG Xian-dong](#), [CHEN Dong-xia](#), [SHI Hong-sheng](#) [从新鲜黄姜提取薯蓣皂苷元的工艺研究](#)[期刊论文]-[化学与生物工程](#)2007, 24(6)
2. [王俊](#), [杨克迪](#), [陈钧](#) [超临界CO₂萃取穿山龙中薯蓣皂苷元的研究](#)[期刊论文]-[中国药学杂志](#)2003, 38(8)
3. [韩枫](#), [李稳宏](#), [李冬](#), [唐璇](#), [陈练洪](#), [HAN Feng](#), [LI Wen-hong](#), [LI Dong](#), [TANG Xuan](#), [CHEN Lian-hong](#) [黄姜中薯蓣皂苷元提取方法的比较研究](#)[期刊论文]-[中成药](#)2007, 29(12)
4. [王凤芝](#) [穿龙薯蓣中薯蓣皂苷元提取工艺及含量的动态分析](#)[学位论文]2006
5. [张裕卿](#), [王东青](#), [李滨县](#), [梁江华](#), [ZHANG Yu-qing](#), [WANG Dong-qing](#), [LI Bin-xian](#), [LIANG Jiang-hua](#) [阶梯生物催化协同提取盾叶薯蓣中薯蓣皂苷元的研究](#)[期刊论文]-[中草药](#)2006, 37(5)
6. [张黎明](#), [张露亿](#), [杜连祥](#), [Zhang Liming](#), [Zhang Luyi](#), [Du Lianxiang](#) [酶解法提取胡芦巴种子中薯蓣皂苷元的工艺研究](#)[期刊论文]-[农业工程学报](#)2005, 21(2)
7. [罗星](#), [刘运美](#), [姚旭](#), [王小平](#), [郑兴](#), [LUO Xing](#), [LIU Yun-mei](#), [YAO Xu](#), [WANG Xiao-ping](#), [ZHENG Xing](#) [从黄姜中提取薯蓣皂苷元的工艺研究](#)[期刊论文]-[中国民族民间医药](#)2010, 19(11)
8. [孟庆艳](#), [刘圆](#), [李厚聪](#), [孙卓然](#), [夏清](#), [任朝琴](#) [川产藏药材红毛五加中总皂苷提取工艺研究](#)[期刊论文]-[中成药](#) 2008, 30(4)
9. [董悦生](#), [刘琳](#), [齐珊珊](#), [孔珊](#), [修志龙](#) [木霉DL3012转化盾叶薯蓣中甾体皂苷生成薯蓣皂苷元的工艺优化](#)[会议论文]-2008
10. [梁卫文](#), [赵邦爱](#), [杨淑华](#), [吴惠勤](#) [不同方法提取的知母总皂苷元气相-质谱分析](#)[期刊论文]-[中草药](#)2002, 33(12)

引证文献(4条)

1. [张佳佳](#), [李会](#), [李恒](#), [陆震鸣](#), [史劲松](#), [许正宏](#) [高效转化黄姜皂苷为薯蓣皂苷元菌株的筛选及转化条件优化](#)[期刊论文]-[生物工程学报](#) 2013(6)
2. [刘运美](#), [罗星](#), [郑兴](#), [王小平](#), [姚旭](#), [薛珊](#), [唐昌云](#), [周洋](#) [表面活性剂-超声法提取黄姜中薯蓣皂苷素的研究](#)[期刊论文]-[时珍国医国药](#) 2012(2)
3. [王庆宇](#), [金凤燮](#), [鱼红闪](#) [薯蓣皂苷元制备方法的研究进展](#)[期刊论文]-[安徽农业科学](#) 2011(5)
4. [罗星](#), [刘运美](#), [姚旭](#), [王小平](#), [郑兴](#) [从黄姜中提取薯蓣皂苷元的工艺研究](#)[期刊论文]-[中国民族民间医药](#) 2010(11)

本文链接: http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_zcy200712017.aspx