

人参超声逆流提取工艺研究

陈红专, 王曙宾, 高鹏, 王健, 史冬霞

河北以岭医药集团, 河北 石家庄 050035

摘要: 目的 优化人参超声逆流提取工艺。方法 以人参皂苷 Rb₁、Rg₁ 和 Re 的总提取率为考察指标, 采用正交试验设计对人参超声逆流提取工艺参数进行考察。结果 人参超声逆流提取工艺最佳条件是药材粉碎过 30 目筛, 用 70%乙醇, 溶媒逆流体积流量与进料质量流量之比为 8。结论 优选的提取工艺科学合理, 适于大规模生产。

关键词: 人参; 人参皂苷 Rg₁; 人参皂苷 Re; 人参皂苷 Rb₁; 超声逆流提取

中图分类号: R284.2 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2012)06-1115-03

Study on ultrasound countercurrent extraction technology of *Panax ginseng*

CHEN Hong-zhuan, WANG Shu-bin, GAO Peng, WANG Jian, SHI Dong-xia

Hebei Yiling Pharmaceutical Group, Shijiazhuang 050035, China

Key words: *Panax ginseng* C. A. Meyer; ginsenoside Rg₁; ginsenoside Re; ginsenoside Rb₁; ultrasound countercurrent extraction

人参为五加科植物人参 *Panax ginseng* C. A. Meyer 的干燥根和根茎, 具有大补元气、复脉固脱、补脾益肺、生津养血、安神益智的功效, 人参的主要活性成分为人参皂苷^[1-2]。目前人参皂苷提取方法主要有煎煮法^[3]、回流法^[4]等, 但是煎煮法和回流法受热时间长, 温度高, 有效成分易被破坏, 为更好地提取人参中活性高、质量稳定的皂苷类成分, 本实验采用超声逆流提取法, 以人参皂苷 Rb₁、Rg₁ 和 Re 的总提取率为检测指标, 考察了人参的提取工艺条件, 为人参有效成分提取提供了一种快速、高效的新工艺。

1 仪器与材料

Agilent 1200 高效液相色谱仪, 包括 G1311A 四元泵、G1322A 脱气机、G1315—UV 检测器、HP 化学工作站(美国 Agilent 公司); GTC—TQ/3/C2N1 超声逆流提取成套设备(济宁金百特工程机械有限公司); AG135 型十万分之一电子分析天平(Mettler 公司)。人参药材(安国以岭中药饮片厂)经河北省药品检验所中药室孙宝惠主任药师鉴定为正品; 人参皂苷 Re(110754-200822)、人参皂苷 Rg₁(110703-201027)、人参皂苷 Rb₁(110704-200921)对照品

均由中国药品生物制品检定所提供。乙腈为色谱纯, 水为纯净水, 其他试剂为分析纯。

2 方法与结果

2.1 人参皂苷定量测定^[5]

2.1.1 色谱条件 色谱柱为 Agilent Zorbax SB-C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm), 柱温 30 °C, 检测波长 203 nm, 体积流量 1.0 mL/min, 流动相为乙腈(A)-水(B), 梯度洗脱: 0~35 min, 19% A; 35~55 min, 19%~29% A; 55~70 min, 29% A; 70~100 min, 29%~40% A; 进样量 20 μL。色谱图见图 1。

2.1.2 混合对照品溶液制备 精密称取人参皂苷 Rg₁、Re、Rb₁ 对照品, 加甲醇制成各含 0.2 mg/mL 的混合溶液, 摇匀, 即得。

2.1.3 供试品溶液制备 取提取物约 0.5 g, 精密称定, 加甲醇溶解并转移至 10 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.2 人参超声逆流提取工艺确定

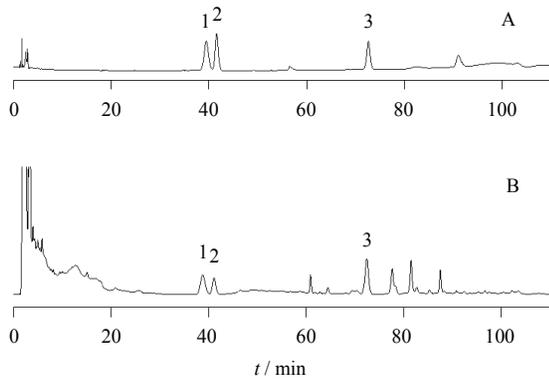
2.2.1 人参提取物的制备 称取人参药材 20 kg 9 份, 采用超声逆流提取方法^[6]进行试验, 设定超声波频率为 30 kHz, 超声功率为 20 kW, 按照正交试验设计进行提取, 提取液分别减压浓缩, 转移至不锈钢

收稿日期: 2011-09-06

基金项目: 国家科技重大专项(2009ZX09504)

作者简介: 陈红专(1978—), 男, 硕士研究生, 工程师, 主要从事药品生产工艺设计与改进。Tel: (0311)85901742 E-mail: chz1012@sina.com

网络出版时间: 2012-05-11 网络出版地址: <http://www.cnki.net/kcms/detail/12.1108.R.20120511.0850.006.html>



1-人参皂苷 R_{g₁} 2-人参皂苷 Re 3-人参皂苷 R_{b₁}
1-ginsenoside R_{g₁} 2-ginsenoside Re 3-ginsenoside R_{b₁}

图 1 混合对照品 (A) 和供试品 (B) 的 HPLC 色谱图
Fig. 1 HPLC chromatograms of mixed reference substances (A) and sample (B)

盘中，置真空烘箱中真空干燥至恒定质量。

2.2.2 正交试验设计 由于在超声逆流提取设备考察时已经设定了超声波频率和功率，所以本实验重点考察人参超声逆流提取中乙醇体积分数 (A)、药材粉碎度 (B)、溶媒逆流体积流量与进料质量流量比 (C)、提取温度 (D) 4 个因素对提取效果的影响，每个因素选择 3 个水平，以 L₉(3⁴) 正交试验表^[7] 进行试验，从而优选最佳提取工艺参数。

按照正交试验设计安排 9 组试验，并制备提取物，按“2.1.1”项下色谱条件测定提取物中人参皂苷 R_{b₁}、R_{g₁} 和 Re 的量，计算其提取率。试验设计及结果见表 1，方差分析见表 2。

$$\text{提取率} = \frac{\text{提取物中各成分量}}{\text{药材中各成分量}}$$

$$\text{总提取率} = \frac{\text{提取物中人参皂苷 R}_{b_1}、R_{g_1}、Re \text{ 的量之和}}{\text{药材中人参皂苷 R}_{b_1}、R_{g_1}、Re \text{ 的量之和}}$$

表 1 L₉(3⁴) 正交试验设计及结果

Table 1 Design and results of L₉(3⁴) orthogonal test

试验号	A / %	B / 目	C	D / °C	R _{g₁} 提取率 / %	Re 提取率 / %	R _{b₁} 提取率 / %	总提取率 / %
1	60 (1)	20 (1)	6 (1)	30 (1)	79.7	72.3	84.6	80.1
2	60 (1)	30 (2)	8 (2)	45 (2)	87.6	92.9	92.9	91.2
3	60 (1)	40 (3)	10 (3)	60 (3)	88.6	88.5	90.6	89.4
4	70 (2)	20 (1)	8 (2)	60 (3)	95.3	88.8	96.7	94.4
5	70 (2)	30 (2)	10 (3)	30 (1)	97.3	97.0	98.7	97.8
6	70 (2)	40 (3)	6 (1)	45 (2)	95.0	91.2	93.3	93.4
7	80 (3)	20 (1)	10 (3)	45 (2)	85.4	69.9	83.8	81.1
8	80 (3)	30 (2)	6 (1)	60 (3)	92.8	78.7	87.5	87.1
9	80 (3)	40 (3)	8 (2)	30 (1)	89.6	82.8	85.7	86.2
K ₁	260.7	255.6	260.6	264.1				
K ₂	285.6	276.1	271.8	265.7				
K ₃	254.4	269.0	268.3	270.9				
R	31.2	20.5	11.2	6.8				

表 2 方差分析

Table 2 Analysis of variance

方差来源	离差平方和	自由度	F 值	显著性
A	181.460	2	21.533	P < 0.05
B	72.247	2	8.573	
C	21.887	2	2.597	
D (误差)	8.427	2		

$$F_{0.05}(2, 2) = 19.00 \quad F_{0.01}(2, 2) = 99.00$$

2.2.3 结果分析 直观分析及方差分析结果表明，超声逆流提取过程中因素 A 具有显著差异 (P < 0.05)，因素 D 影响不大，可视为误差项。最佳提取

方案为 A₂B₂C₂D₃，即用 70%乙醇，药材粉碎过 30 目筛，溶媒逆流体积流量与进料质量流量之比为 8，提取温度为 60 °C。

2.2.4 验证试验 通过实验分析，人参超声逆流提取中乙醇体积分数对人参皂苷提取率影响较大，提取温度影响不大，而且温度较难控制，因此，实际生产中不需要加热，经多次验证表明最佳提取方案是用 70%乙醇，药材粉碎过 30 目筛，溶媒逆流体积流量与进料质量流量之比为 8。并按此条件进行 3 次验证试验，结果见表 3。验证试验表明优选的人参超声逆流提取工艺提取人参皂苷的提取率较高，

表 3 验证试验
Table 3 Verification test

试验号	Rg ₁ 提取率/ %	Re 提取率/ %	Rb ₁ 提取率 / %	总提取率/ %
1	96.3	95.9	96.7	96.4
2	97.0	96.3	96.5	96.7
3	96.0	94.6	95.6	95.5

质量稳定。

3 讨论

利用超声逆流提取方法，能使人参中有效成分人参皂苷 Rg₁、Re、Rb₁ 的提取率达 94% 以上，总提取率在 95% 以上，而传统的提取工艺人参总皂苷提取率在 80%~90%^[3]，超声逆流提取比传统提取工艺大大提高人参皂苷的提取效率，而且质量稳定、工艺简单、易操作。为人参综合利用开发提供一种可参考的方法依据。

超声逆流提取成套设备在提取过程中具有连续性，生产效率大大提高，消耗乙醇量比传统乙醇回流少，大大节省乙醇用量，而且超声逆流提取在较低温下短时间完成提取，保存有效成分不被分解，特别适合对热敏感成分提取^[8]。然而，超声逆流提取技术作为一种中药浸提新方法，应用并不广泛，主要原因是由于中药活性成分与超声逆流提取工艺参数的关系尚不确定，而且，在工业化生产中超声逆流提取设备还存在一些缺陷，如对药材硬度、粒度、设备参数控制等方面要求较高。随着现代制药

工艺技术的飞速发展，超声逆流提取技术自身工艺研究也在不断完善和提高，将在中药领域具有广阔的应用前景。

参考文献

- [1] 石楸鸣. 人参皂苷的药理作用研究进展 [J]. 中国药房, 2010, 21(31): 2967-2969.
- [2] 罗洁琦, 沙先谊, 方晓玲. 三七总皂苷离子敏感型鼻用原位凝胶的制备 [J]. 中草药, 2011, 42(7): 1299-1304.
- [3] 陈阿丽, 崔永霞, 周立艳, 等. 正交试验法优选人参水提工艺 [J]. 中国现代药物应用, 2009, 3(9): 21-22.
- [4] 牟玲丽, 刘 昌, 何明三, 等. 悸平胶囊人参醇提工艺研究 [J]. 湖北中医学院学报, 2004, 6(3): 34-35.
- [5] 中国药典 [S]. 一部, 2010.
- [6] 李建明, 陈 赟, 章莉娟, 等. 西洋参中皂苷类成分提取方法对比 [J]. 中药材, 2008, 32(12): 1896-1898.
- [7] 曹光明. 中药浸提物生产工艺学 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2009.
- [8] 万水昌, 王志祥, 乐 龙, 等. 超声提取技术在中药及天然产物提取中的应用 [J]. 西北药学杂志, 2008, 23(1): 61-62.