

杜仲中松脂醇二葡萄糖苷的提取工艺研究

李小锋 杜剑松 康兴东

(江西普正制药有限公司 吉安 331409)

摘要:目的:确定杜仲中松脂醇二葡萄糖苷的最佳提取工艺,为全杜仲胶囊的生产工艺优化提供参考依据。方法:采用正交试验法,以松脂醇二葡萄糖苷的提取率为评价指标,筛选杜仲的最佳提取工艺。结果:正交试验结果显示,提取次数对松脂醇二葡萄糖苷的提取率有明显的影响,结合大生产工艺的实际情况,最终确定杜仲中松脂醇二葡萄糖苷的最佳提取工艺为 6 倍量水、提取 2 次、提取时间 2 h/次。结论:本提取工艺研究结果为全杜仲胶囊的生产工艺优化提供了试验参考依据。

关键词:杜仲;松脂醇二葡萄糖苷;提取工艺;正交试验

中图分类号:R284.2

文献标识码:B

doi:10.13638/j.issn.1671-4040.2017.08.102

杜仲为杜仲科植物杜仲 *Eucommia ulmoides* Oliv. 的干燥树皮^[1],是常用的滋补药材,在《神农本草经》中被称为上品,具有补肝肾、强筋骨、安胎、降压的功效。全杜仲胶囊是杜仲的单方制剂,具有补肝肾、强筋骨、降血压的功效,用于肾虚腰痛、腰膝无力;高血压见上述症状者。药典中记载的其提取工艺是先用 85%乙醇加热回流提取 2 h,药渣再加水煎煮 2 次,2 h/次^[2]。现代研究结果显示,杜仲中的木脂素类化合物是其主要有效成分之一,是杜仲降压的主要组分^[3]。松脂醇二葡萄糖苷是杜仲中含量最丰富的木脂素类化合物之一,也是《中国药典》控制全杜仲胶囊及杜仲药材质量的指标性成分。本研究以松脂醇二葡萄糖苷的提取率为评价指标,对杜仲的提取工艺进行了探讨性研究,为全杜仲胶囊的生产工艺优化提供了参考依据。先报告如下:

1 材料与仪器

1.1 药材 杜仲药材购于江西樟树,由江西普正制药有限公司吴永忠副研究员鉴定为杜仲。破碎成小段后作为实验用样品。

1.2 仪器 高效液相色谱仪:Waters2695 型高效液相色谱仪;色谱柱:Hypersil C₁₈ 柱 (4.6 mm×250 mm×5 μm)(美国 Waters 公司);JK-100 型超声波清洗器(合肥金尼克机械制造有限公司);SHB-III S 型循环水式多用真空泵(郑州长城科工贸有限公司);E-5203A 型旋转蒸发仪(上海振捷实验设备有限公司);HHS-24 型电热恒温水浴锅(上海东星建材实验设备有限公司);SZ-93 自动双重纯水蒸馏器(上海雅荣生化设备仪器有限公司)。

1.3 试剂及试药 松脂醇二葡萄糖苷对照品(中国药品生物制品检定研究院,批号 111537-201204,纯度 90.6%),乙腈、甲醇为色谱纯,水为双重蒸馏水,其余试剂为分析纯。

1.4 方法

1.4.1 色谱条件 色谱柱:Hypersil C₁₈ 柱(4.6

mm×250 mm×5 μm)(美国 Waters 公司);流动相:乙腈-水(13:87);检测波长:277 nm。理论板数按松脂醇二葡萄糖苷峰计算应不低于 1 000。分别取对照品及样品溶液 10 μl 进样,通过外标法计算松脂醇二葡萄糖苷的含量。

1.4.2 对照溶液的制备 精密称取松脂醇二葡萄糖苷 5.30 mg,置 50 ml 容量瓶中,加甲醇适量使之溶解并稀释至刻度,摇匀,即得浓度为 106.0 μg/ml 的对照品溶液。

1.4.3 提取溶剂的选择 取杜仲 4 份,每份各 30 g。按照设计方案进行试验,分别测定提取液中松脂醇二葡萄糖苷的转移率。提取方案设计见表 1。

表 1 提取溶剂的选择试验设计表

序号	提取方法
1	加 6 倍水,提取 2 次,2 h/次
2	加 6 倍量 85%乙醇,提取 2 次,2 h/次
3	加 6 倍水提取 1 次,提取 2 h,药渣加 4 倍 85%乙醇提取 1 次,提取 2 h
4	加 6 倍量 85%乙醇提取 1 次,提取时间 2 h,药渣加 4 倍水提取 1 次,提取时间 2 h

1.4.4 杜仲提取工艺正交设计试验 分别取杜仲药材 30 g,共 9 份,按 L₉(3⁴) 正交设计表进行 9 组试验,提取液合并定容至 2 000 ml,得供试品溶液 1~9,分别测定溶液中松脂醇二葡萄糖苷的含量,计算松脂醇二葡萄糖苷的提取率。正交试验的因素水平参数见表 2。

表 2 杜仲水提正交试验因素水平表

水平	提取次数(次)	加水倍数(倍)	提取时间(h)
1	1	6	1
2	2	8	1.5
3	3	10	2

2 结果

2.1 提取溶剂的选择试验结果 结果表明“6 倍水,提 2 次,2 h/次”的提取率最高,85%乙醇提取 2 次的提取率最低。这说明以水为溶剂对松脂醇二葡萄糖苷的提取效果最好。见表 3。

表 3 杜仲提取溶剂选择实验结果

试验序号 提取次数	1		2		3		4	
	1	2	1	2	1	2	1	2
松脂醇二葡萄糖苷提 取率(%)	65.8	31.6	46.9	24.4	64.8	16.5	39.3	15.9
总提取率(%)	97.4		71.3		81.3		55.2	

2.2 杜仲提取工艺正交设计试验结果 由松脂醇二葡萄糖苷提取率结果可知,3 个因素对松脂醇二葡萄糖苷提取率影响的大小为:提取次数>提取时间>加水倍数,主要影响因素为提取次数,且方差分析有显著性差异;而第 3 次的提取率小于 10%,考虑到成本等因素,最终选择提取 2 次;直观分析结果表明,加 8 倍量水提取率最高,但与加 6 倍量水、10 倍量水提取率相差不大,考虑到生产成本,最终选择加 6 倍量水。结果还表明,提取 2 h 的提取率最高,故最终确定提取时间为 2 h;最终确定的最佳提取工艺为 6 倍水,提取 2 次,2 h/次。见表 4。

表 4 杜仲提取工艺正交设计试验结果

序号	提取次数	加水倍数	提取时间	空白列	松脂醇二葡萄糖苷提取率/%
1	1	1	1	1	45.8
2	1	2	2	2	58.8
3	1	3	3	3	54.8
4	2	1	2	3	77.8
5	2	2	3	1	91.0
6	2	3	1	2	75.5
7	3	1	3	2	98.9
8	3	2	1	3	79.5
9	3	3	2	1	90.4
直观分析					
1	53.133	74.167	66.933	75.733	
2	81.433	76.433	75.667	77.733	
3	89.600	73.567	81.567	70.700	
方差分析	偏差平方和	自由度	F	F 临界值	P
提取次数	2197.402	2	27.885	19	<0.05
加水倍数	13.716	2	0.174	9	
提取时间	325.216	2	4.127	9	

注:F 0.01 (2, 2)=99.0; F 0.05 (2, 2)=19.0; F 0.10 (2, 2)=9.0。

3 讨论

松脂醇二葡萄糖苷是杜仲的主要活性成分,全杜仲胶囊以松脂醇二葡萄糖苷作为质量控制的指标性成分^[1],因此本研究以松脂醇二葡萄糖苷作为指标性成分对提取工艺进行评价是可行的。杜仲提取溶剂选择实验结果显示,用水作为提取溶剂比用乙醇溶液提取效果更好。杜仲中的木脂素类成分在乙醇中的溶解性较在水中好,根据相似相溶的原理,用乙醇溶液进行提取,提取率应更高,但本研究结果显示水提的效果更好,这可能与杜仲中含有大量的杜仲胶成分有关。

相关文献报道中,多以超声提取、微波提取为主,提取溶剂多采用不同浓度的乙醇来提取^[3-6]。而本研究基于全杜仲胶囊现有的提取工艺,结合大生产工艺的实际要求,经过溶剂选择实验和正交试验,最终确定杜仲的最佳提取工艺为“加 6 倍水,提取 2 次,2 h/次”,这为全杜仲胶囊的生产工艺优化提供了试验参考依据。

参考文献

- [1]国家药典委员会.中国药典 2015 年版:一部[S].北京:中国医药科技出版社,2015.165,862
- [2]吴卫华.杜仲抗高血压有效部位的制备及降压效应研究[D].广州:中南大学,2007
- [3]潘亚磊,郭玲丽,谢培,等.杜仲松脂醇二葡萄糖苷的提取工艺优化[J].化学与生物工程,2016,33(2):42-45
- [4]吕强.杜仲总木脂素及松脂醇二葡萄糖苷的提取纯化研究[D].吉首:吉首大学,2013
- [5]郑雪,刘泽纬,丁来欣,等.杜仲叶中松脂醇二葡萄糖苷的提取分离及含量测定[J].食品科学,2012,33(6):166-170
- [6]孙曦晓.从杜仲皮中制备松脂醇二葡萄糖苷及多糖工艺的研究[D].哈尔滨:东北林业大学,2014.8-14

(收稿日期: 2017-06-21)

中药红芪药材的鉴定及有效成分多糖的提取工艺

李峥嵘

(河南省驻马店市中医院药剂科 驻马店 463000)

摘要:目的:探讨中药红芪药材的鉴定方法及红芪有效成分多糖的提炼工艺。方法:通过红芪的外形、切片及粉末显微等三种方式鉴定红芪的特征,比较水提醇沉法与碱浸提法提取多糖含量与得率。结果:(1)红芪外表呈红褐色,皮质坚韧,纹理清晰,味微甜,咀嚼无豆腥气味;(2)水提醇沉法最佳提取工艺条件为:温度 80℃,固液比例 1:12,反复沉淀提取两次,1 h/次;(3)水提醇沉法提取的红芪多糖含量与得率明显高于 0.3 mol/L、0.5 mol/L 碱浸提法(P<0.05)。结论:通过外形、切片及粉末显微观察可掌握红芪特点,红芪水提醇沉法提取红芪多糖有效性高于碱浸提法,在今后的提取工艺中,可注重对综合性多指标提取工艺的深入研究。

关键词:红芪;多糖;鉴定;提取

中图分类号:R284.2

文献标识码:B

doi:10.13638/j.issn.1671-4040.2017.08.103

红芪为豆科植物多序岩黄芪的干燥根,是常见的中医药材。味甘,性微温,归肺、脾经,具有补气升阳、固表止汗、利水消肿、排毒敛疮之功效,《神农本草经》中有红芪药用的相关记载^[1]。红芪含有多糖、

生物碱、黄酮、氨基酸等物质,且多糖为红芪中最主要的活性成分,是一种杂多糖,具有抗氧化、抗癌、提高机体免疫力等作用^[2]。本研究对红芪的鉴定与红芪多糖的提取工艺进行探讨,对扩展中医药材价值