

刺五加中刺五加皂甙提取条件的优化*

王玉琴¹, 郑清^{1, 2}

(1. 盐城工学院 化学与生物工程学院, 江苏 盐城 224003 2. 南京工业大学, 江苏 南京 210009)

摘 要 刺五加为五加科植物,其所含刺五加皂甙有极强的药理作用。根据刺五加皂甙的理化性质,采用分光光度法在不同提取剂、不同料液比、不同温度、不同时间下对刺五加提取液中皂甙含量进行测定,最后确定刺五加皂甙提取的最佳条件为:以 75%乙醇为提取剂,料液比为 1:6,温度为 80℃,提取 6h。

关键词 刺五加;皂甙;提取;优化

中图分类号 TQ028.9 **文献标识码** A **文章编号** :1671-532X(2005)01-0049-03

随着我国中草药事业的不断发展,中药正逐渐被世界认可,并成为一种世界性潮流。因此,中药及天然药物有效成分的提取,有着极高的研究价值。刺五加为五加科植物,俗名刺拐棒、老虎镣子、刺老鸦子。该植物在我国主要分布在东北部,具有益气健脾,补肾安神等功效^[1-3]。刺五加茎叶制剂在临床上的应用很多,尤其是在糖尿病、冠心病、脑血栓及神经衰弱、风湿性心脏病的治疗方面效果显著,并有抗癌活性^[4-5]。目前刺五加所含的糖类和甙类正在引起国内外学者的关注。

刺五加茎叶及根皮含有多种活性成分,如刺五加皂甙、异秦皮定、紫丁香树脂等。皂甙又称皂素,是广泛存在于植物界的一类特殊的甙类,水解后生成皂甙元的结构,可分为三萜皂甙与甾体皂甙两大类。皂甙结构复杂、极性大,存在同一植物中的皂甙大多结构相近,分离困难。目前刺五加皂甙的测定尚无药典方法,很多文献所述均是依据三萜皂甙水解后产生齐墩果酸,由于齐墩果酸在酸性条件下能与香草醛起显色反应,再用比色法进行测定。但是刺五加皂甙是否就是三萜皂甙,尚无定论。对于标准品的选择,有的用齐墩果酸,有的用人参皂甙 Re,究竟用那一种作为参比更好,还需进一步的实验证明。

本文采用单因素试验,研究从中草药刺五加

中提取分离有降糖作用的活性成分——刺五加皂甙^[6-8]。利用分光光度法测定刺五加皂甙的吸光值,确定刺五加皂甙提取的最佳工艺条件,为深入研究刺五加做一些基础工作。

1 实验部分

1.1 主要仪器

752型紫外—可见分光光度计(上海分析仪器总厂);TDL-5A型离心机(上海安亭科技仪器有限公司);HH-8型恒温水浴锅(金坛荣华仪器有限公司);RE52-A旋转蒸发器(上海亚荣生化仪器厂)。

1.2 原料及试剂

刺五加粉(浙江惠松制药有限公司);香草醛(AR);甲醇(AR);硫酸(AR);正丁醇(AR);乙醇(AR);石油醚(AR)。

1.3 实验方法

1.3.1 样液制备

称取刺五加粉末(40目)10g,转入250mL三口烧瓶中,加入一定量提取剂,在一定温度的水浴中回流提取一定时间,经减压抽滤后离心分离,将上层清液转入100mL具塞比色管中静置,用移液管取25mL提取液,转入分液漏斗中用石油醚萃取,将提取液蒸发至干,用25mL蒸馏水溶解,转入250mL分液漏斗,用正丁醇萃取,蒸干,用甲醇

* 收稿日期 2004-12-10

作者简介:王玉琴(1966-),女,江苏盐城人,盐城工学院实验师,主要研究方向为化学实验教学与科研工作。

溶解,转入 25mL 容量瓶中定容。

1.3.2 单因素试验设计

以不同的提取剂、料液比、提取温度、提取时间为影响因素作单因子试验,确定最佳的提取条件。

1.3.3 分析方法

用移液管吸取 0.5mL 定容后的提取液,于 10mL 具塞比色管中加入新配制 8% 香草醛 - 乙醇溶液 0.2mL,77%(v/v)硫酸 5mL,摇匀,置 60℃

水浴上加热,取出冷却到室温,在 550nm 条件下测定吸光值。

2 结果和讨论

2.1 提取剂的选择

分别以 100mL 的蒸馏水、95% 乙醇、75% 乙醇、65% 乙醇、50% 乙醇、甲醇作为提取剂,在 80℃ 水浴中回流提取 2h,分析结果见表 1。

表 1 不同提取剂提取刺五加皂甙的吸光值及其平均值

Table1 photo - absorbing value and mean value of ASS at different extraction agent

提取剂	测 定 值			平均值
蒸馏水	0.201	0.204	0.203	0.203
95%乙醇	0.392	0.391	0.389	0.391
75%乙醇	0.420	0.423	0.421	0.421
65%乙醇	0.392	0.393	0.394	0.393
50%乙醇	0.336	0.337	0.338	0.337
甲醇	0.415	0.410	0.411	0.412

结果表明,75%乙醇作为提取剂时其吸光值最高,从而确定提取出的刺五加皂甙含量最高。虽然甲醇作提取剂时其吸光值与之接近,但用甲醇作提取剂时温度不可过高,否则会沸腾蒸干。

2.2 料液比的选择

分别以 50mL、60mL、70mL、80mL、90mL、100mL 的 75% 乙醇作为提取剂,在 80℃ 水浴中回流提取 2h。分析结果见表 2。

料液比进行回流提取时,所得提取液太少,在实验操作中不可行。而 1:6、1:7 和 1:8 的料液比相比较,提取率差别不大,考虑节省原料,采用料液比为 1:6 是最合适的。

2.3 提取温度的选择

用 75% 乙醇 100mL 作为提取剂,分别在 50℃、60℃、70℃、80℃ 水浴中回流提取 2h,分析结果见表 3。

由于刺五加粉末的吸湿性强,采用加 1:5 的

表 2 不同料液比提取刺五加皂甙的吸光值及其平均值

Table2 photo - absorbing value and mean value of ASS at different ratio of the mixture

料液比	测 定 值			平均值
1:6	0.487	0.486	0.488	0.487
1:7	0.491	0.490	0.492	0.491
1:8	0.490	0.489	0.488	0.489
1:9	0.429	0.430	0.431	0.430
1:10	0.426	0.425	0.426	0.426

表 3 不同提取温度提取刺五加皂甙的吸光值及其平均值

Table 3 photo - absorbing value and mean value of ASS at different temperature

温 度	测 定 值			平均值
50℃	0.532	0.528	0.530	0.530
60℃	0.563	0.566	0.569	0.566
70℃	0.681	0.682	0.675	0.679
80℃	0.740	0.745	0.747	0.744

表 4 不同提取时间提取刺五加皂甙的吸光值及其平均值

Table 4 photo - absorbing value and mean value of ASS at different extraction time

时 间	测 定 值			平均值
2h	0.396	0.396	0.394	0.395
4h	0.406	0.405	0.403	0.405
6h	0.411	0.417	0.415	0.414
8h	0.416	0.417	0.416	0.416

由表 3 可看出,随着温度的升高,提取率也随之上升,但当达到 80℃ 以后,提取液开始沸腾,温度不再上升,提取率也不再上升,故 80℃ 是最适宜的提取温度。

2.4 提取时间的选择

用 75% 乙醇 100mL 作为提取剂,分别在 80℃ 水浴中回流提取 2h、4h、6h、8h,分析结果见表 4。

可知,随着提取时间的延长,提取率也随之升高,但超过 6h 以后,升高的幅度不大,考虑时间和

用料的原因,6h 是最佳的提取时间。

3 结论

采用回流提取的方法提取刺五加皂甙,最佳提取条件是以 75% 乙醇为提取剂,料液比为 1:6,温度为 80℃ 提取 6h,在这几个影响因素中,提取剂的影响是最主要的,其次是料液比,对于温度在 50-80℃ 范围内,提取率随着温度升高而升高,80℃ 之后几乎没影响。

参考文献:

- [1] 吕圭源,王一韬. 中药新产品开发学[M]. 北京:人民卫生出版社,1998.
- [2] 黄青,张洪岩,张本等. 刺五加化学药理作用研究的新进展[J]. 中草药,1999,30(3):234-236
- [3] 张喜旺,杨亚平. 中药刺五加化学成分的最新进展[J]. 时珍国医国药,2002,13(1):45-45
- [4] 赵余庆,吴立军,李锐等. 刺五加中活性成分的结构研究[J]. 中草药,1990,21(3):44-45
- [5] 潘海峰,孟艳彬,缪红. 刺五加的研究概况[J]. 承德医学院学报,2002,19(2):157-158
- [6] 谢蜀生,许世凯. 刺五加多糖免疫调节作用的实验研究[J]. 中华肿瘤杂志,1989,11(5):338-340
- [7] 曹广文,杜平. 黄芪多糖、刺五加多糖和枸杞多糖在体内对 LAK 细胞抗肿瘤活性的调节作用[J]. 第二军医大学学报,1993,14(1):10-13
- [8] 许世凯. 刺五加多糖对小鼠免疫功能和影响[J]. 中成药,1990,12(3):25-26

Optimization of the Extracting Condition for Acanthopanax Sentious Saponins (ASS) from Acanthopanax Sentious (Rupr. et Maxim)Harms

WANG Yu - qin¹, ZHENG Qing^{1,2}

(1. College of Chemistry and Biology Engineering, Yancheng Institute of Technology, Jiangsu Yancheng 224003, China ;
2. Nanjing Industry University, Jiangsu Nanjing 210009, China)

Abstract :According to different property of saponins in acanthopanax sentious(Rupr. et Maxim)Harms, sepectophotometer was applied in this paper to determine the content of saponins in Acantopanaxis sentious under different extracting condition, which includes different extracting agent, temperature and extracting time. As a result, the optimal conditions were obtained as follows: the solvent is 75% ethanol, the temperature is 80℃ and the extracting time is 6h.

Keywords :acanthopanax sntious(rupr. et maxim)harms; saponins; extraction; optimization