

单因素考察活性炭脱除麦冬多糖色素

綦菲, 王昶, 李轶, 王伟明*

(黑龙江省中医研究院, 哈尔滨 150036)

[摘要] 目的: 优化麦冬粗多糖除色素的工艺。方法: 以活性炭为吸附剂, 选择多糖溶液质量浓度、活性炭用量、脱色时间、脱色温度等 4 方面进行单因素考察。结果: 脱除麦冬多糖色素的最佳条件为多糖溶液质量浓度为 $5 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$, 加入 2% 的活性炭, 在 $50 \text{ }^\circ\text{C}$ 温度下脱色 30 min。结论: 该脱色方法为麦冬多糖进一步纯化提供了基础。

[关键词] 麦冬多糖; 活性炭; 脱色

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)18-0038-03

Decolorization Technology of Polysaccharide from *Ophiopogonis Radix* with Activated Carbon by Single Factor Test

QI Fei, WANG Chang, LI Yi, WANG Wei-ming*

(Heilongjiang Academy of Traditional Chinese Medicine, Harbin 150036, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize the decolorization technology of polysaccharide from *Ophiopogonis Radix*. **Method:** Activated carbon was used as adsorbent. Concentration of polysaccharides, the amount of activated carbon, decolorization time as well as decolorization temperature were selected as experiment factors by single factor test. **Result:** The optimum decolorization process was as follows: concentration of polysaccharides was $5 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$, the amount of activated carbon was 2%, the temperature was at $50 \text{ }^\circ\text{C}$, the time was 30 min. **Conclusion:** The technology can establish foundation for the further purification of polysaccharide from *Ophiopogonis Radix*.

[Key words] polysaccharide from *Ophiopogonis Radix*; activated carbon; decolorization

麦冬 *Ophiopogon japonicus* (L. f) Ker-Gawl. 为百合科植物, 广泛分布于我国浙江、四川、湖北、福建等地, 是传统的滋阴中药, 具有养阴生津, 润肺清心功能^[1]。现代研究表明麦冬中含有甾体皂苷、高异黄酮、多糖等成分, 其中麦冬多糖具有降血糖、抗过敏、平喘、增强免疫、强心等药理活性^[2]。目前有关活性炭脱除麦冬多糖色素的研究未见报道, 因此, 为了得到高纯度的多糖, 本试验对活性炭粉末脱除麦冬多糖色素进行了单因素考察, 初步确定了脱色的最佳工艺, 为多糖的进一步纯化奠定了基础。

1 仪器与试剂

UV-1604 型紫外-可见分光光度计(日本津岛公司), 79-1 型磁力加热搅拌器(江苏金坛市环宇科学仪器厂), AE240 型电子天平(中国梅特勒-托利多仪器厂)。

麦冬药材(产地四川, 由黑龙江省中医研究院于祥龙教授鉴定为湖北麦冬 *Ophiopogon japonicus* (L. f) Ker-Gawl., 蒽酮(北京化工厂), 葡萄糖对照品(北京奥博星生物技术有限责任公司), 活性炭粉末。

2 方法与结果

2.1 蒽酮-硫酸法测定多糖含量^[3]

2.1.1 对照品溶液的配制 精密称取干燥至恒重的葡萄糖对照品 20 mg, 加水溶解定容于 100 mL 量瓶中, 配成 $0.2 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的葡萄糖对照品溶液。分别精密吸取标准液 1, 2, 3, 4, 5 mL 置于 10 mL 量瓶中, 以水定容摇匀, 得系列对照品溶液。

[收稿日期] 20101230(007)

[第一作者] 綦菲, 硕士研究生, 从事药物制剂研究, Tel: 0451-55665478, E-mail: fei_fei_qf@yahoo.com.cn

[通讯作者] * 王伟明, 研究员, 博士, 从事新药研发工作, Tel: 0451-55665478, E-mail: zyyjy@163.com

2.1.2 最大吸收波长的确定 以水为空白,取葡萄糖标准溶液与蒽酮-浓硫酸显色后,于 500 ~ 700 nm 扫描,测得最大吸收波长为 627 nm。

2.1.3 标准曲线的绘制 精密吸取上述系列对照品溶液 1.0 mL,分别置于 10 mL 具塞试管中,将试管置于冰水中,分别向试管中加入 0.2% 蒽酮-浓硫酸溶液 4 mL,摇匀,置于沸水浴中加热 10 min,取出,用冷水迅速冷却至室温,放置 10 min,置于 627 nm 处测定吸光度。另精密吸取蒸馏水 1.0 mL,同法操作,作为空白对照。以葡萄糖质量浓度 C ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$) 为横坐标,吸光度 A 为纵坐标,绘制标准曲线。得回归方程 $A = 10.183C + 0.0039$ ($r = 0.9999$)。表明葡萄糖在 20 ~ 100 μg 与吸光度呈良好线性关系。

2.1.4 样品的制备 称取 500 g 麦冬,分别加入 10,8 倍量的水煎煮 2 次,每次 1.5 h,弃去药渣,合并 2 次滤液,浓缩至相对密度约 1.2,加入 95% 乙醇,至含醇量为 80%,静置过夜,分离沉淀,沉淀物用无水乙醇、丙酮、乙醚依次洗涤,挥干溶剂真空干燥,得麦冬粗多糖。

2.2 色素检测波长的确定 对麦冬多糖溶液在 360 ~ 600 nm 进行扫描,发现溶液在可见光区无最大吸收峰,而从 360 ~ 600 nm 吸收呈递减趋势。从互补色原理可知,当溶液中的某种物质选择性地吸收可见光中某种颜色的光时,溶液就会呈现出对应的互补色,由于麦冬多糖溶液为橙黄色,证明对其互补光蓝色光有最大吸收,故选择蓝光 (435 ~ 480 nm) 的波长中间段 450 nm 作为检测波长^[4],测定多糖溶液吸光度。

2.3 活性炭粉末吸附麦冬多糖色素的单因素试验

2.3.1 麦冬多糖溶液质量浓度的确定 称取 3 份 50 mg 麦冬多糖 (多糖含量约为 80%) 粉末,分别用 5,10,15 mL 水溶解,加入 2% 活性炭,室温下搅拌 20 min,过滤后 450 nm 检测吸光度,脱色率分别为 48.2%,56.0%,46.3%,由此可确定多糖溶液质量浓度在 $5 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 时,活性炭脱色效果较好。

2.3.2 活性炭用量的考察 在多糖溶液质量浓度为 $5 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的溶液中,分别加入 0.5%,1%,2%,4% 的活性炭,室温下搅拌 20 min,过滤后在 450 nm 测量吸光度,按 2.1.3 项下方法测定多糖含量。由图 1 可知,随着活性炭用量的增加,脱色率越来越高,但多糖的损失率也越来越高。但活性炭的用量由 1% 增加到 2% 时,多糖损失率降低不明显,而脱色率却

显著增高,故选择活性炭的用量为 2%。

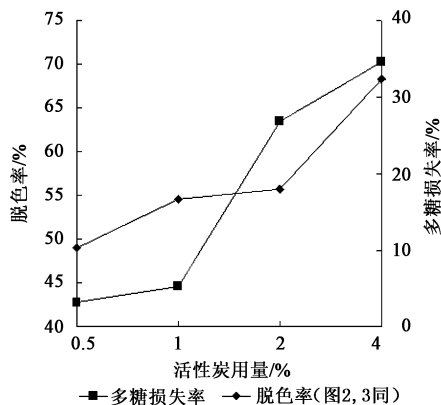


图 1 活性炭用量对脱色率的影响

2.3.3 活性炭脱色时间的考察 在多糖溶液质量浓度为 $5 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的溶液中,加入 2% 的活性炭,分别在室温下搅拌 20,30,40,50 min,过滤后在 450 nm 测量 A ,按 2.1.3 项下方法测定多糖含量。由图 2 可知,随着时间的增加,脱色率有逐渐增加的趋势,但多糖损失率也逐渐增加,综合脱色率与多糖损失率两方面的因素,选择脱色 30 min 为最佳。

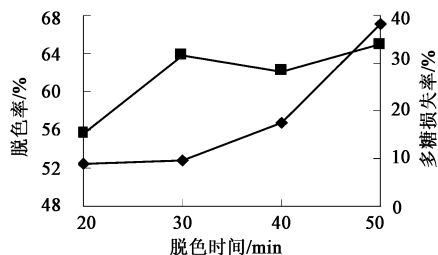


图 2 脱色时间对脱色率的影响

2.3.4 活性炭脱色温度的考察 在多糖溶液质量浓度为 $5 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的溶液中,加入 2% 的活性炭,分别在 30,40,50,60 $^{\circ}\text{C}$ 下搅拌 30 min,过滤后在 450 nm 测量吸光度,按 2.1.3 项下方法测定多糖含量。由图 3 可知,在 50 $^{\circ}\text{C}$ 时脱色率达到最高值,温度继续上升,脱色率稍有下降,多糖损失率显著增加,综合比较后

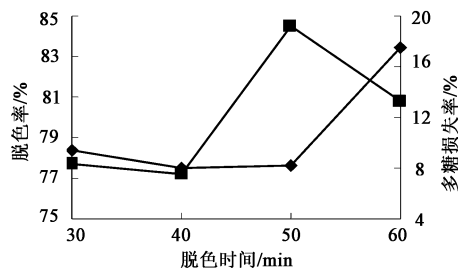


图 3 脱色温度对脱色率的影响

辣椒碱在不同介质中的平衡溶解度

李宏树^{1,2}, 张岭¹, 张莉^{1*}, 陈莉¹, 申去非¹

(1. 武警医学院药剂学教研室, 天津 300162; 2. 武警河北总队医院药剂科, 石家庄 050081)

[摘要] 目的: 测定辣椒碱在不同介质中的平衡溶解度。方法: 采用 HPLC 测定辣椒碱在生理盐水、油酸、肉豆蔻酸异丙酯、不同体积分数乙醇、乙醇-磷酸盐缓冲液、聚乙二醇 400 水溶液中的溶解度。结果: 随着所选用溶剂极性的降低, 辣椒碱的溶解度逐渐增大; 混合溶剂中半极性溶剂的比例增加, 辣椒碱溶解度逐渐增大; 当乙醇体积分数为 40% 时, 辣椒碱的溶解度增加到 $30.4 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。结论: 辣椒碱的平衡溶解度与介质的极性有关, 可通过调节介质的极性, 增加辣椒碱的溶解度。

[关键词] 辣椒碱; 平衡溶解度; 油酸; 肉豆蔻酸异丙酯; 乙醇; 介质

[中图分类号] R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)18-0040-03

Determination of Equilibrium Solubility of Capsaicin in Various Medium

LI Hong-shu^{1,2}, ZHANG Ling¹, ZHANG Li^{1*}, CHEN Li¹, SHEN Qu-fei¹

(1. Department of Pharmacy, Medical College of Chinese People's Armed Police Force, Tianjin 300162, China;
2. Department of Pharmacy, Hebei Peoples Armed Police Corps Hospital, Shijiazhuang 050081, China)

[Abstract] **Objective:** To determine the equilibrium solubility of capsaicin in various medium. **Method:** To determine the solubility of capsaicin in physiological saline, oleic acid, isopropyl myristate, different concentration of ethanol, ethanol-phosphate buffer solution and polyethylene glycol 400 by HPLC. **Result:** The solubility of capsaicin increases with the decreasing polarity of solvent and the increasing percentage of semi-polarity solvent. When the concentration of ethanol was 40%, the solubility of capsaicin increased to $30.4 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$. **Conclusion:** The equilibrium solubility of capsaicin depends on the polarity of the medium. We can regulate the polarity of the medium

[收稿日期] 20110106(002)

[第一作者] 李宏树, 药师, 硕士, 从事药剂学研究, Tel: 022-60578196

[通讯作者] * 张莉, 教授, 硕士, 从事药物新剂型等研究, Tel: 022-60578196, E-mail: zhli62tianjin@yahoo.com.cn

选择 50 ℃ 的脱色温度为最佳。

3 讨论

本试验主要研究了活性炭粉末脱除麦冬多糖色素的工艺, 初步考察了麦冬多糖脱色的基本工艺条件。活性炭的表面具有未被化学键饱和的碳原子, 而大多数色素具有共轭双键结构, 很容易被吸附, 但同时活性炭也会吸附部分多糖, 造成损失。因此, 对多糖的损失率和脱色率进行综合考虑是很有必要的。在脱色试验中优选出来的最佳条件, 较大程度地除掉了多糖中的色素成分, 尽可能地降低了多糖的损失。由于单因素试验只是局部优化结果, 不能够综合反映各种因素、水平间的交互作用, 可再进一

步应用正交设计、响应面分析法等对脱色工艺进行优化, 提高麦冬多糖的脱色率。

[参考文献]

- [1] 中国药典. 一部[S]. 2010:145.
- [2] 范俊, 张旭. 麦冬多糖药理研究进展[J]. 中医药学, 2006, 24(4): 626.
- [3] 赵龙, 阮美娟, 秦学会, 等. 萘酮-硫酸法测定慈姑中多糖的含量[J]. 食品研究与开发, 2009, 30(12): 118.
- [4] 黄纯, 马驰, 宋慧智, 等. 亮菌多糖提取中脱蛋白和脱色素方法比较[J]. 药学与临床研究, 2007, 15(1): 45.

[责任编辑 全燕]