

# 大孔吸附树脂用于人参抗皱美容添加剂提取液的脱色研究

黄显章<sup>1,2\*</sup>, 赵清超<sup>1</sup>, 尹玲<sup>2</sup>, 刘焱文<sup>2</sup>

(1. 南阳理工学院张仲景国医学院, 河南 南阳 473004; 2. 湖北中医学院中药资源与中药复方省部共建教育部重点实验室, 武汉 430061)

[摘要] 目的: 开发一种高效实用的人参抗皱美容添加剂提取液的脱色纯化技术。方法: 以脱色率及人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 含量为指标, 从 3 种大孔吸附树脂中筛选出人参抗皱美容添加剂提取液的最佳脱色树脂, 并以脱色率及人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 含量为指标考察该树脂对人参抗皱美容添加剂提取液的最佳脱色条件。结果: SA-2 型大孔树脂为人参抗皱美容添加剂提取液的最佳脱色树脂, 该脱色树脂对人参抗皱美容提取液的脱色率达 70% 以上, 人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 得率达 90% 左右。结论: 该脱色方法具有显著的脱色效果, 有效成分得率较高, 工艺稳定, 操作简便, 适合于规模化生产。

[关键词] 大孔吸附树脂; 人参抗皱美容添加剂; 脱色

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010)09-0029-03

## Study on Decoloring Method of Ginseng Anti-wrinkle Hairdressing Additive Extracts with Macroporous Resin

HUANG Xian-zhang<sup>1,2</sup>, ZHAO Qing-chao<sup>1</sup>, YIN Ling<sup>2</sup>, LIU Yan-wen<sup>2</sup>

(1. Zhang Zhong-jing Traditional Chinese Medicine College, Nanyang University of Technology, Nanyang 473004, China; Key Laboratory of Resources and Cooperation of Traditional Chinese Medicine, Ministry of Education, Hubei College of Traditional Chinese Medicine, Wuhan 430061, China)

**[Abstract] Objective:** To acquire a technique with which the ginseng anti-wrinkle hairdressing additive extracts (GAHAE) can be decolorized with macroporous resin. **Method:** The optimum technique of decoloring with the macroporous resin selected from three different types was gained in terms of the ratio of pigment removing and ginsenoside Rg<sub>1</sub> acquiring. **Result:** The SA-2 macroporous resin was selected for decoloring GAHAE, the decoloration ratio was not less than 70%, and the pick-up ratio of ginsenoside Rg<sub>1</sub> was about 90%. **Conclusion:** The effect of decoloring GAHAE by this method was distinct, the pick-up ratio of ginsenoside Rg<sub>1</sub> was high; the method was changeless and easy, and could be scaled up to industrial production.

**[Key words]** macroporous resin; ginseng anti-wrinkle hairdressing additive extracts; decoloration

人参抗皱美容添加剂由人参、当归、甘草、葛根、阿胶等 5 味药材组成, 为李时珍药业自拟抗皱美容方剂, 已经多年临床实践证明, 具有明显的抗皱美容作用。但因其提取液色泽较重, 给市场开拓带来了困难, 故笔者采用大孔吸附树脂对其提取液进行了

脱色研究。

方中人参既为君药, 又为贵重药物, 其所含人参皂苷具有提高皮肤抗氧化酶活力、增强成纤维细胞活性及抑制黑色素细胞一氧化氮合酶表达等作用, 为抗皱美容的主要有效成分之一<sup>[1-2]</sup>。因此本实验以人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 的含量为指标, 通过考察 SA-2 型、D101 型、AB-8 型等 3 种大孔吸附树脂对人参抗皱美容添加剂提取液的脱色率及有效成分人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 的得率, 确定了人参抗皱美容添加剂提取液脱色的最佳脱色树脂及工艺参数, 获得了较好的脱色

[收稿日期] 20100323(006)

[通讯作者] \* 黄显章, 硕士, 现为南阳理工学院讲师, 湖北中医学院 2008 级博士研究生, 研究方向中药及复方物质基础研究。Tel: 13647212662, E-mail: hxzgreat@163.com

效果。

### 1 仪器与试药

Agilent 1100 型高效液相色谱仪(美国惠普公司), SEDEX-75 型蒸发光散射检测器(法国 Sedere 公司), UV-2401 型紫外-可见分光光度计(日本岛津公司), BP-211D 型 1/10 万分析天平(德国 Sartorius 公司), BN2744 型 1/万分析天平(上海民桥精密科学仪器有限公司)。

人参、当归、甘草、葛根、阿胶药材饮片均由湖北李时珍药业有限公司提供, SA-2 型、D101 型、AB-8 型大孔吸附树脂购于天津欧瑞生物科技有限公司, 人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 110703-200726) 纯度为 98% 以上, 甲醇为色谱纯, 水为双蒸水, 其他试剂为分析纯。

### 2 方法与结果

**2.1 人参抗皱美容添加剂提取液的制备** 按处方比例称取人参、当归、甘草、葛根药材饮片, 粉碎成粗粉, 混匀, 以 8 倍量 60% 乙醇回流提取 2 次, 每次 2 h, 合并滤液, 向滤液中加入热水溶解的阿胶溶液, 过滤, 回收乙醇, 减压浓缩至含生药量为 0.1 g·mL<sup>-1</sup> 的溶液, 备用。

#### 2.2 人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 含量测定方法

**2.2.1 色谱条件**<sup>[3]</sup> 色谱柱 Kromasil C<sub>18</sub> 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相乙腈-水(80:20); 流速 1.0 mL·min<sup>-1</sup>; 柱温 20 °C; 蒸发光散射检测器漂移管温度 90 °C, 载气压力 3.5 kPa; 进样量 10 μL。

**2.2.2 标准曲线的绘制** 精密称取人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 对照品, 置 10 mL 量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度。分别精密量取上述溶液, 制成浓度为 0.112 8, 0.225 6, 0.451 2, 0.902 4, 1.804 8 g·L<sup>-1</sup> 的人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 对照品溶液, 用微量进样器分别取 10 μL 进样。以人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 进样量为横坐标, 峰面积为纵坐标, 得回归方程  $y = 1.46x + 2.25$ ,  $r = 0.9993$ , 线性范围 1.112 8 ~ 18.048 μg。

**2.2.3 样品测定** 精密吸取人参抗皱美容添加剂提取液 10 mL, 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 用微量进样器取 10 μL 续滤液, 注入液相色谱仪, 记录峰面积, 以外标法计算人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 的含量。

**2.3 脱色率的测定方法** 于 190 ~ 800 nm 波长对人参抗皱美容添加剂提取液进行扫描, 确定其最大吸收波长为 421 nm。以 421 nm 为检测波长, 检测供试品溶液的吸光度 A 值, 计算脱色率。脱色率按以

下公式计算:

$$\text{脱色率} = (A_1 - A_2) / A_1 \times 100\%$$

A<sub>1</sub>, A<sub>2</sub> 分别代表脱色前溶液的吸光度和脱色后溶液的吸光度。

**2.4 大孔树脂的筛选** 采用静态吸附法, 通过测定大孔树脂对色素的脱色率及人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 的含量来筛选合适的树脂。准确称量按常规方法处理过的树脂 3 g 于具塞瓶中, 加入 20 mL 人参抗皱美容添加剂提取液, 置于振荡器中振荡 1 h 至达到吸附平衡, 取其上层清液 1 mL, 根据 2.2.3 项下方法测得各瓶人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 脱色前后的含量, 计算得率, 根据 2.3 项下方法测定溶液脱色前后的吸光度, 计算脱色率。每一试验重复 3 次, 平均误差 < 5%。实验结果如表 1 所示。

表 1 各种树脂对色素的脱色率及人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 得率

| 树脂型号 | 脱色率 / % | 人参皂苷 Rg <sub>1</sub> 得率 / % |
|------|---------|-----------------------------|
| SA-2 | 75.8    | 89.6                        |
| D101 | 45.2    | 80.6                        |
| AB-8 | 57.3    | 88.4                        |

由表 1 可见, 3 种树脂中 SA-2 型和 AB-8 型的人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 得率较高, 其中以 SA-2 型树脂脱色效果较好。因此, 确定 SA-2 型树脂为人参抗皱美容添加剂提取液的最佳脱色树脂。

#### 2.5 SA-2 型树脂脱色优化工艺的考察

**2.5.1 过柱流速的考察** 取人参抗皱美容添加剂提取液 20 mL(相当于生药 2 g), 分别通过 3 根装有 8 g SA-2 型脱色树脂的柱子, 流速分别为 0.5 mL·min<sup>-1</sup>(3 BV·h<sup>-1</sup>), 1.0 mL·min<sup>-1</sup>(6 BV·h<sup>-1</sup>), 2.0 mL·min<sup>-1</sup>(12 BV·h<sup>-1</sup>), 收集过柱液, 检测脱色率和人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 得率。每份平行试验 3 次, 结果见表 2。

表 2 过柱流速的考察

| 过柱流速 / mL·min <sup>-1</sup> | 脱色率 / % | 人参皂苷 Rg <sub>1</sub> 得率 / % |
|-----------------------------|---------|-----------------------------|
| 0.5                         | 77.7    | 87.2                        |
| 1.0                         | 75.3    | 89.6                        |
| 2.0                         | 40.2    | 91.3                        |

结果表明, 过柱流速越慢, 树脂对药液的脱离色率越高, 药液颜色越浅, 但人参皂苷 Rg<sub>1</sub> 得率亦越低。综合考虑, 选定过柱流速 1 mL·min<sup>-1</sup>(6 BV·h<sup>-1</sup>) 为最佳过柱流速。

**2.5.2 树脂用量的考察** 取人参抗皱美容添加剂提取液 20 mL(相当于生药 2 g), 以 1 mL·min<sup>-1</sup>(6

$BV \cdot h^{-1}$ ) 的流速分别通过装有 6, 8, 10, 12 g SA-2 型树脂的树脂柱, 收集过柱液, 检测脱色率和人参皂苷  $Rg_1$  得率。每份平行试验 3 次, 结果见表 3。

表 3 树脂用量的考察

| 树脂用量 /g | 脱色率 /% | 人参皂苷 $Rg_1$ 得率 /% |
|---------|--------|-------------------|
| 6       | 60.9   | 92.6              |
| 8       | 74.0   | 91.3              |
| 10      | 75.1   | 88.9              |
| 12      | 75.8   | 88.3              |

以上结果表明, 树脂用量对人参皂苷  $Rg_1$  得率影响不大, 对脱色率有较大影响。树脂用量越大, 脱色效果越好, 但树脂量在 8 g 以上时增加不明显。因此, 确定每 20 mL 药液用 8 g 树脂脱色为宜, 即 1 g 生药用 4 g 树脂脱色。

**2.6 验证试验** 按处方比例称取人参、当归、甘草、葛根、阿胶药材 300 g, 按 2.1 项下方法制成含生药量为  $0.1 g \cdot mL^{-1}$  的溶液。称取 1 200 g 已经预处理的 SA-2 型脱色树脂, 湿法装柱, 将提取液以 6 BV/h 流速过柱, 收集过柱液。检测脱色率和人参皂苷  $Rg_1$  得率。每份平行试验 3 次, 结果见表 4。

表 4 验证试验中人参皂苷  $Rg_1$  的含量 %

| No | 脱色率  | RSD  | 人参皂苷 $Rg_1$ 得率 | RSD  |
|----|------|------|----------------|------|
| 1  | 76.8 |      | 87.8           |      |
| 2  | 75.3 | 1.12 | 89.3           | 1.45 |
| 3  | 74.5 |      | 90.7           |      |

实验结果表明, 3 次验证试验所得样品人参皂苷  $Rg_1$  得率较高, 可达 90% 左右; 颜色较浅, 均为黄色, 脱色率达 70% 以上。可以看出, 该工艺稳定可行, 适合工业化生产。

### 3 讨论

由于市场对美容保健类中药的特殊需求, 脱色

纯化已是中药尤其是美容保健类中药研制中的一个热点、难点问题。目前用于中药脱色的方法及工艺较多<sup>[4-5]</sup>, 如水醇法、酸碱沉淀法、物理吸附法、化学吸附法、絮凝剂法、膜分离法等方法, 其中利用大孔吸附树脂脱色是近年来发展起来的一种新型脱色技术, 具有操作简便、脱色效果好、成本较低、工艺稳定等优势。

本实验进行了大孔树脂用于人参抗皱美容添加剂提取液脱色的研究。通过静态吸附法从 3 种不同型号大孔树脂中优选出 SA-2 型大孔吸附树脂作为吸附材料, 通过小试优化了最佳脱色条件, 并进行了验证试验。结果表明, SA-2 型大孔吸附树脂对人参抗皱美容添加剂提取液的脱色率和有效成分得率均较高, 脱色效果较好(脱色前为棕褐色, 脱色后为黄色), 取得了满意结果。

### [参考文献]

- [1] 王红丽, 吴铁, 吴志华, 等. 人参皂苷、丹参酮和川芎抗小鼠皮肤衰老作用研究[J]. 第二军医大学学报, 2006, 27(5): 525.
- [2] 程基焱, 钟桂书, 韩艺, 等. 人参二醇组皂苷及人参皂苷  $Rb_1$  对体外培养黑色素细胞的影响[J]. 时珍国医国药, 2006, 17(10): 1916.
- [3] 段瑞, 沙东旭, 杨文. 高效液相色谱-蒸发光散射法测定红药片中三七皂苷  $R_1$  及人参皂苷  $Rg_1$ 、 $Re$ 、 $Rb_1$  的含量[J]. 沈阳药科大学学报, 2008, 5(25): 376.
- [4] 毕丽华, 谭志. 谈中药脱色方法[J]. 中国医药导报, 2007, 4(36): 235.
- [5] 袁珂, 杨中汉. 冬凌草提取物脱色除杂方法的研究[J]. 林产化学与工业, 2005, 25(3): 25.

[责任编辑 仝燕]