

黄芪提取工艺研究

王鑫, 张振秋*, 吕佳, 王丹

(辽宁中医药大学药学院, 辽宁 大连 116600)

[摘要] 目的: 优选黄芪提取工艺。方法: 以乙醇浓度、乙醇用量、提取时间、提取次数为影响因素, 各因素选择3个水平进行试验考察, 采用 $L_9(3^4)$ 正交试验设计表, 以黄芪总皂苷为考察指标进行正交试验。结果: 最佳工艺为以60%乙醇为溶媒, 提取3次, 试剂用12, 10, 10倍量, 每次提取1.5 h。结论: 该提取工艺可用于黄芪的提取并适用于工业化生产。

[关键词] 黄芪甲苷; 正交设计; 提取工艺

[中图分类号] R283.6 [文献标识码] B [文章编号] 1005-9903(2010)09-0017-02

黄芪甘温, 归肺、脾经。补气固表, 利尿托毒, 排脓, 敛疮生肌。用于气虚乏力, 食少便溏, 中气下陷, 久泻脱肛, 便血崩漏, 表虚自汗, 气虚水肿, 痈疽难溃, 久溃不敛, 血虚痿黄, 内热消渴; 慢性肾炎蛋白尿, 糖尿病^[1], 含有多糖、皂苷、黄酮等化学成分。现代药理研究证明, 黄芪多糖和黄芪皂苷为其主要成分。黄芪甲苷具有显著降低血糖、糖化血红蛋白和尿蛋白的作用, 可降低肾皮质和血清中的AGEs的中文意思(AGEs), 显示抗氧化作用, 对醛糖还原酶有抑制作用, 并有减轻肾脏肥大等广泛的药理作用^[2]。本文研究乙醇浓度、乙醇用量、提取时间对黄芪皂苷的影响, 从中优选出黄芪的最佳提取条件。

1 仪器与试药

紫外-可见分光光度计(日本日立); 黄芪甲苷对照品 110781-200613(中国药品生物制品检定所提供); 正丁醇、冰醋酸等试剂均为AR级; 黄芪药材经辽宁中医药大学李峰教授鉴定为豆科植物蒙古黄芪 *Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bge. var. *mongholicus* (Bge.) Hsiao。

2 方法与结果

2.1 黄芪总皂苷的含量测定^[3]

2.1.1 对照品溶液的制备 精密称取黄芪甲苷对照品 2.04 mg, 置 10 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 制成每 1 mL 含 0.204 mg 黄芪甲苷的对照品溶液。

2.1.2 标准曲线的制备 分别量取对照品溶液 0.0, 0.4, 0.8, 1.2, 1.6, 2.0 mL 置于 10 mL 具塞刻度

试管中, 水浴蒸干, 冷却, 加 5% 香草醛-冰醋酸溶液 0.2 mL 及高氯酸 0.8 mL, 混匀, 于 60 ℃ 水浴加热 15 min, 取出, 立即冰浴冷却 5 min, 再加冰醋酸 5 mL, 充分混匀后, 以“0 mL”具塞刻度试管中的溶液为空白, 于 560 nm 测其吸收度。以黄芪甲苷对照品的质量浓度 m 为横坐标, 吸收度 A 为纵坐标, 建立回归方程 $A = 2.8891m - 0.0369$ ($r = 0.9998$)。黄芪甲苷在 0.0816 ~ 0.4068 mg 吸收度有良好的线性关系。

2.1.3 供试品溶液的制备 精密吸取黄芪提取液 50 mL, 置蒸发皿中, 水浴蒸干, 残渣加水 10 mL, 微热使之溶解, 用水饱和的正丁醇振摇提取 3 次, 每次 20 mL, 合并正丁醇提取液, 用氨试液洗 2 次, 每次 20 mL, 弃去氨液, 正丁醇蒸干, 残渣用甲醇溶解并转移至 5 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

2.1.4 测定法 精密吸取供试品溶液 1.0 mL, 如标准曲线项下的制备方法进行测定, 从“置于 10 mL 具塞刻度试管中……于 560 nm 测其吸收度”, 计算。

2.2 正交设计试验

2.2.1 影响因素及水平的确定 根据黄芪中总皂苷化学性质及参考相关文献, 确定乙醇浓度、乙醇用量、提取时间、提取次数为影响有效成分提取量的因素, 各因素选择了 3 个水平进行试验考察, 正交设计试验采用 $L_9(3^4)$ 表, 数据经正交助手 软件处理, 因素水平见表 1, 实验设计及结果见表 2。

2.2.2 实验结果 称取药材, 共计 9 份, 每份 40 g, 按正交试验表安排试验, 每份提取液滤过, 记录提取液体积, 采用紫外-可见分光光度法测定黄芪总皂苷含量, 并计算黄芪总皂苷提取总量, 以黄芪总皂苷提

[收稿日期] 20100407(004)

[通讯作者] * 张振秋, 博士, 教授, 药物分析专业, Tel: 0411-87586058; E-mail: zhangzhenqiu@sina.com

取总量作为考察的指标, 结果列入表 2 中。

表 1 黄芪中黄芪总皂苷提取因素水平

水平	A 乙醇体积分数/%	B 乙醇用量/倍	C 提取时间/h	D 提取次数/次
1	30	12, 10, 10	1	1
2	60	10, 8, 8	1.5	2
3	90	8, 6, 6	2	3

表 2 黄芪中黄芪总皂苷提取实验结果

No	A	B	C	D	总皂苷提取量/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$
1	1	1	1	1	0.849 0
2	1	2	2	2	0.855 5
3	1	3	3	3	0.958 0
4	2	1	2	3	1.281
5	2	2	3	1	0.717 3
6	2	3	1	2	0.967 3
7	3	1	3	2	1.029
8	3	2	1	3	1.086
9	3	3	2	1	0.853 3
$\overline{AK_1}$	0.887 5	1.053	0.967 4	0.806 5	
$\overline{AK_2}$	0.988 5	0.886 3	0.996 6	0.950 6	
$\overline{AK_3}$	0.989 4	0.926 2	0.901 4	1.108	
R	0.101 9	0.166 7	0.095 2	0.301 8	

主要因素依次为提取次数、乙醇量、提取时间、乙醇体积分数, 最佳工艺为 $A_2B_1C_2D_3$, 即 60% 乙醇, 提取 3 次, 每次乙醇用 12, 10, 10 倍量, 每次各提取 1.5 h。

2.3 提取验证性实验 取药材 40 g, 按照正交设计考察结果, 结果见表 3。

结果表明按照最佳工艺进行提取, 黄芪总皂苷的提取总量提取量均较高。正交试验所得结论符合实际提取结果。

(上接第 16 页)

[参考文献]

[1] 郑虎占, 金龆哲. 中药饮片应用与标准化研究[M]. 北京: 学苑出版社, 2004: 117.
[2] 韩可勤, 杨静化, 刘晓东. 药学应用概率统计[M]. 南京: 东南大学出版社, 2000: 130.
[3] 王红, 徐卫宾. 黄连不同炮制品体外抗金葡萄菌和痢疾

表 3 黄芪提取工艺验证试验结果

No.	出膏率/%	黄芪总皂苷的提取量/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$
1	27.3	1.360
2	26.4	1.306
3	25.1	1.292
平均	26.4	1.319

取验证性实验的 10 倍量药材进行考察, 结果见表 4。

表 4 黄芪提取工艺中试数据

No.	出膏率/%	黄芪总皂苷的提取量/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$
1	25.3	1.342
2	23.4	1.287
3	25.1	1.299
平均	24.6	1.309

2.4 提取物处理 所得黄芪提取物经减压干燥处理, 粉碎后置于干燥器中备用。

3 小结

采用直观分析的方法, 对正交实验结果进行分析, 确定了最佳提取工艺, 即 60% 乙醇, 提取 3 次, 每次乙醇用 12, 10, 10 倍量, 每次各提取 1.5 h。该提取工艺可用于黄芪提取物的制备, 为工业化生产提供参考。

[参考文献]

[1] 国家药典委员会, 中华人民共和国药典[S]. 一部. 北京: 化学工业出版社, 2005: 212.
[2] 吴发宝, 陈希元. 黄芪药理作用研究综述[J]. 中药材, 2004, 27(3): 232.
[3] 唐军. 比色法测定黄芪中黄芪总皂苷含量[J]. 安徽中医学院学报, 2004, 23(5): 37.

[责任编辑 仝燕]

杆菌实验[J]. 山东医药工业, 2002, 21(1): 48.

[4] 徐国钧, 徐路珊. 常用中药材品种整理和质量研究[J]. 福州: 福建科学技术出版社, 1992: 505.
[5] 张志梅, 马仲金. 黄连炮制与应用[J]. 新中医, 2004, 36(7): 72.

[责任编辑 仝燕]