

党参炆苷解吸-减压内部沸腾提取工艺的优化

杨军宣¹, 郭振宇¹, 张 毅², 吕姗姗³, 周年华³, 周 滢^{1*}
(1. 重庆医科大学中医药学院, 重庆 400016; 2. 重庆市食品药品检验检测研究院, 重庆 401121;
3. 重庆希尔安药业有限公司, 重庆 401121)

摘要: **目的** 优化党参炆苷解吸-减压内部沸腾提取工艺。**方法** 以党参炆苷得量为评价指标, 药材粒度、解吸液浓度、提取溶剂、压力、时间、温度、次数为影响因素, 单因素试验优化提取工艺。**结果** 最佳条件为药材粗粉加入 3 倍量 80% 乙醇解吸 30 min 后, 再加入 10 倍量 40% 乙醇, 50 ℃ 下减压 (真空度-0.03 MPa) 提取 2 次, 每次 15 min, 该方法下党参炆苷得量显著高于水煎煮、乙醇回流、渗滤提取。**结论** 该方法简便快速, 提取温度低, 乙醇用量少, 可用于提取党参炆苷。
关键词: 党参炆苷; 解吸-减压内部沸腾提取; 单因素试验
中图分类号: R284.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-1528(2018)03-0597-04
doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2018.03.017

Optimization of desorption-decompression inner ebullition extraction of lobetyolin

YANG Jun-xuan¹, GUO Zhen-yu¹, ZHANG Yi², LÜ Shan-shan³, ZHOU Nian-hua³, ZHOU Ying^{1*}
(1. Department of Traditional Chinese Medicine, Chongqing Medical University, Chongqing 400016, China; 2. Chongqing Municipal Institute for Food and Drug Control, Chongqing 401121, China; 3. Chongqing Hilan Pharmaceutical Co., Ltd., Chongqing 401121, China)

KEY WORDS: lobetyolin; desorption-decompression inner ebullition extraction; single factor test

党参为桔梗科植物党参、素花党参或川党参的干燥根, 始见于《本草从新》, 具有健脾益肺、养血生津等功效^[1], 主要含有糖类、苷类、甾体类、生物碱、氨基酸类、挥发油、三萜类、倍半萜内酯类等成分, 具有调节血糖、促进造血机能、降压、抗缺氧、保肝、增强机体免疫力、延缓衰老、调节胃收缩、抗溃疡等多种作用^[2-3]。其中, 党参炆苷是党参主要有效成分之一, 《中国药典》以其为特征性成分来鉴定党参, 大多数文献也以其为指标对党参进行质量控制^[4-5], 但该成分结构中含有不稳定的炆键, 易发生加成、氧化等反应, 在药材加工及提取等过程中易受光照、温度等因素的影响^[6-7]。目前, 党参的提取方法有煎煮法、乙醇回流法、渗滤法、超声萃取法、超临界 CO₂ 萃取法

等^[8-10], 其中解吸-减压内部沸腾提取是采用一定量低沸点溶剂 (解吸剂) 浸润物料, 再加入热溶剂同时减压, 解吸剂在物料内部沸腾, 有效成分提取过程由分子扩散转变为对流扩散, 该方法有机溶剂用量少, 耗时短, 温度低, 可最大限度保护热不稳定成分, 提取效果明显优于常规方法^[11-12]。本实验首次研究党参炆苷解吸-减压内部沸腾提取工艺, 并与常规水煎煮、乙醇回流、渗滤等提取方法进行比较, 为该技术的深入应用提供参考。

1 材料

安捷伦 1200 液相色谱仪, 配置 UVD 检测器、安捷伦色谱数据工作站 (美国安捷伦公司); ME104 电子天平 (瑞士梅特勒-托利多公司); RE-2000A/B 旋转蒸发仪、SZ-93 自动双重纯水蒸馏器

收稿日期: 2017-06-28
基金项目: 重庆市科技计划项目 (cstc2014yykfA110020)
作者简介: 杨军宣 (1974—), 男, 博士, 副研究员, 从事中药新制剂及中药质量研究。Tel: (023) 65712064, E-mail: yjxhawk@sina.com
* 通信作者: 周 滢 (1978—), 女, 副教授, 从事中药炮制与方剂研究。Tel: 15723056096, E-mail: meiren129129@163.com

(上海亚荣生化仪器厂); Aquelix5 型纯水系统 (美国 Millipore 公司); HH-S6 电子恒温水浴锅 (江苏金怡公司); SHB-3 双表双抽头循环水真空泵 (郑州杜甫仪器厂)。党参炔苷对照品 (中国食品药品检定研究院, 批号 111732-201607, 含有量 $\geq 98\%$ 。乙腈为色谱纯; 其他试剂均为分析纯。党参购自重庆市菜园坝中药材市场, 经重庆医科大学中医药学院何先元教授鉴定为桔梗科植物川党参 *Codonopsis tangshen* Oliv. 的干燥根。

2 方法

2.1 党参炔苷含量测定^[5]

2.1.1 色谱条件 Phenomenex Luna C₁₈ 色谱柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm); 流动相 乙腈-水 (22 : 78); 体积流量 1 mL/min; 检测波长 267 nm; 柱温 25 ℃; 进样量 10 μL。理论塔板数按党参炔苷峰计算, 应不低于 2000。

2.1.2 对照品溶液制备 精密称取党参炔苷对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 含 50 μg 该成分的溶液, 即得。

2.1.3 供试品溶液制备 精密量取样品溶液 2 mL, 加甲醇至 50 mL, 振摇 10 min, 过滤, 弃去初滤液, 精密量取续滤液 25 mL, 挥干, 残渣加甲醇溶解并转移至 5 mL 量瓶中, 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 取续滤液, 即得。

2.1.4 方法学考察 精密吸取对照品溶液 2、4、8、10、15、20 μL, 在“2.1.1”项色谱条件下进样, 以进样量 (X) 对峰面积积分值 (Y) 进行回归, 得回归方程为 $Y = 216.342X - 2.8533$ ($r = 0.9996$), 在 0.126 ~ 1.26 μg 范围内呈良好的线性关系。另取对照品溶液适量, 在“2.1.1”项色谱条件下进样 6 次, 进行精密度、重复性、稳定性 (0、2、4、8、12、24 h) 试验考察, 测得党参炔苷峰面积 RSD 均小于 3%。加样回收率试验结果表明, 党参炔苷平均加样回收率为 97.34%, RSD 为 2.7%。

2.2 解吸-减压内部沸腾提取工艺^[11-12] 取党参 10 g, 加入一定体积分数乙醇溶液, 解吸一定时间后提取容器置于水浴中, 迅速加入提取溶剂, 减压提取一定时间, 过滤, 滤液备用。

3 结果

3.1 粒度 取党参饮片、粗粉、细粉各 10 g 进行提取 (70% 乙醇作为解吸液解吸 30 min, 10 倍量水, 真空度 -0.04 MPa, 50 ℃, 提取 30 min), 测定提取液中党参炔苷得量, 结果见图 1, 可知粗粉

提取效果较好。

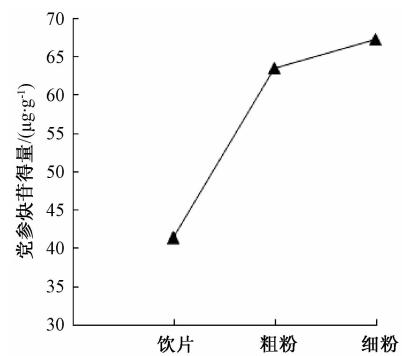


图 1 粒度考察结果

Fig. 1 Results of grain size investigation

3.2 解吸液体积分数 考察以 40%、50%、60%、70%、80%、95% 乙醇作为解吸液解吸 30 min 时的提取效果, 结果见图 2, 可知 80% 乙醇提取效果较好。同时还发现, 3 倍量 80% 乙醇解吸 30 min 即可。

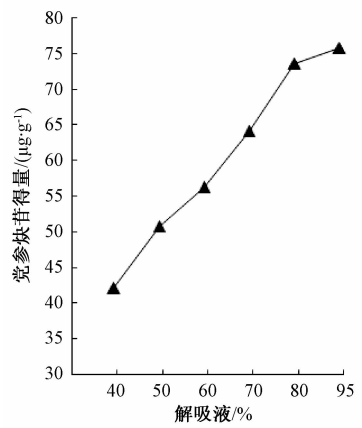


图 2 解吸液体积分数考察结果

Fig. 2 Results of desorption liquid concentration investigation

3.3 提取溶剂 考察以水、30%、40%、50%、60% 乙醇为提取溶剂, 用量分别为 6、8、10、15、20 倍时的提取效果, 结果见图 3~4, 可知 10 倍量 40% 乙醇提取效果较好。

3.4 提取压力 考察真空度 -0.02、-0.03、-0.04、-0.05、-0.06、-0.07 MPa 时的提取效果, 结果见图 5, 可知 -0.03 MPa 最适合提取。

3.5 提取时间 考察提取 10、15、20、25、30、40 min 时的提取效果, 结果见图 6, 可知提取时间为 15 min 时, 党参炔苷提取较完全。

3.6 提取温度 考察提取温度 40、50、60、70、80 ℃ 的提取效果, 结果见图 7, 可知提取温度 50 ℃ 时效果较好。

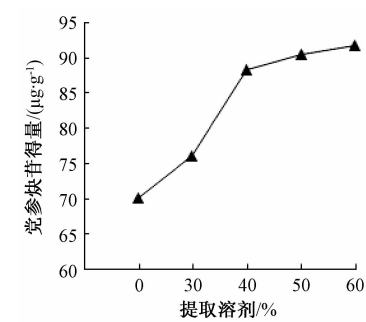


图 3 提取溶剂浓度考察结果

Fig. 3 Results of extraction solvent concentration investigation

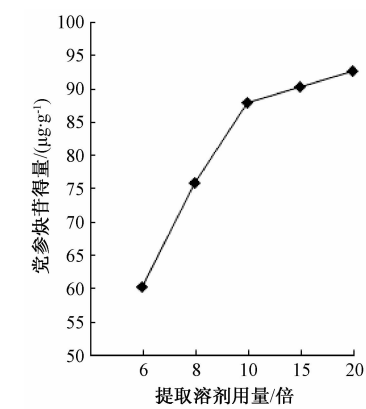


图 4 提取溶剂用量考察结果

Fig. 4 Results of extraction solvent consumption investigation

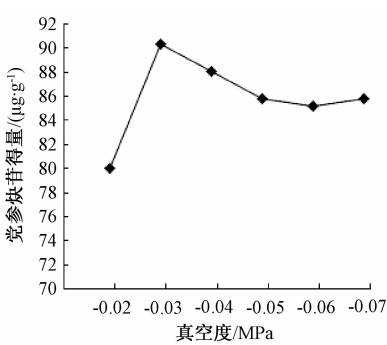


图 5 提取压力考察结果

Fig. 5 Results of extraction pressure investigation

3.7 提取次数 考察提取 1、2、3 次的提取效果，结果见图 8，可知提取 2 次即可。

3.8 验证试验 根据上述结果，确定最优工艺为药材粗粉加入 3 倍量 80% 乙醇解吸 30 min 后，再加入 10 倍量 40% 乙醇，50 ℃ 下减压（真空度 -0.03 MPa）提取 2 次，每次 15 min，合并提取液，即得。然后，取适量药材分别进行解吸-减压内部沸腾、水煎煮、乙醇回流、渗滤提取，测定各

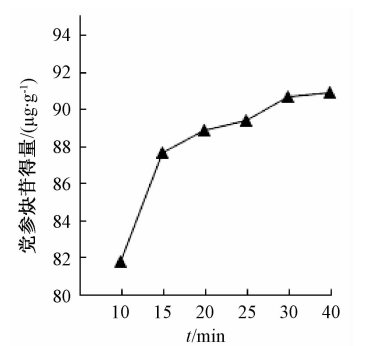


图 6 提取时间考察结果

Fig. 6 Results of extraction time investigation

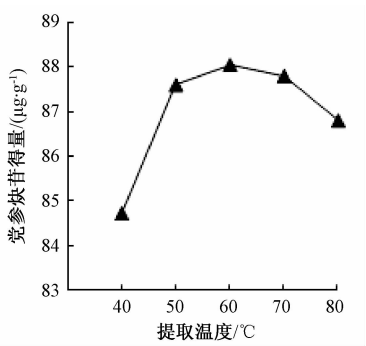


图 7 提取温度考察结果

Fig. 7 Results of extraction temperature investigation

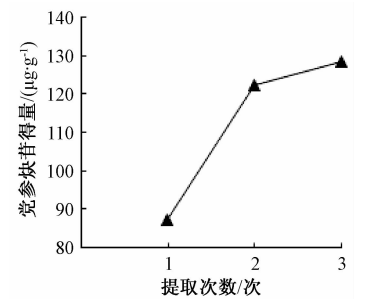


图 8 提取次数考察结果

Fig. 8 Results of extraction times investigation

提取液中党参炔苷得量，结果见表 1，可知解吸-减压内部沸腾法提取温度低，耗时短，乙醇用量少，有效成分得量高，明显优于常规提取方法。

4 讨论

中药有效成分提取分离过程是制约中药发展的瓶颈，也是中药生产过程的关键环节。解吸-减压内部沸腾提取在保证体系负压的状态下进行回流提取，在达到溶解药效成分最适温度所对应的真空度时溶液即可沸腾，一方面可避免药效成分受热降解，另一方面又可降低体系压力。在气压和温度的同时作用下，溶剂内部分子不断汽化，气泡迅速升温膨胀，不断向四周稀溶液主体扩散，加速传质扩

表 1 不同提取方法对党参炔苷得量的影响 ($\bar{x} \pm s, n=3$)

Tab. 1 Results of different extraction methods on lobetyolin yield ($\bar{x} \pm s, n=3$)

提取方法	温度/℃	耗时/min	95%乙醇用量/倍	党参炔苷得量/($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)
解吸-减压内部沸腾提取	50	60	10	127.63 $\pm$ 9.35 ^{**Δ}
水煎煮提取	100	90	—	70.18 $\pm$ 8.62
乙醇回流提取	100	120	20	107.42 $\pm$ 9.79 ^{**}
渗滤提取	0	1 400	18	113.83 $\pm$ 6.04 ^{**}

注:与水煎煮提取比较, ^{**} $P<0.01$;与乙醇回流、渗滤提取比较, ^{Δ} $P<0.05$

散过程,具有提取温度低、耗时短、有机溶剂用量少、提取效率高等特点,可避免长时间高温处理对药物化学成分的影响,对含热敏性成分药材的提取具有广泛的应用前景,可确保制剂的质量和临床疗效^[13-14]。本实验采用该方法提取党参炔苷,与水煎煮、乙醇回流、渗滤提取相比具有明显优势,有深入研究和推广应用的价值。

参考文献:

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2015 年版一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 281.

[2] 孙政华, 邵 晶, 郭 玫. 党参化学成分及药理作用研究进展[J]. 安徽农业科学, 2015, 43(33): 174-176.

[3] 张淑君, 李 明, 王震寰, 等. 轮叶党参的化学成分及药理作用研究进展概述[J]. 中国药师, 2016, 19(2): 347-350.

[4] 高 霞, 强思思, 郑晓萍, 等. 纹党产地初加工工艺的优化[J]. 中成药, 2016, 38(6): 1330-1337.

[5] 贺 庆, 朱恩圆, 王峥涛, 等. 党参中党参炔苷 HPLC 分析[J]. 中国药学杂志, 2005, 40(1): 56-58.

[6] 陈 璐, 王天志, 杨 兵, 等. 比较和优化党参炔苷的提取工艺[J]. 华西药学杂志, 2008, 23(4): 454-455.

[7] 李越峰, 张泽国, 徐富菊, 等. 烘制法对党参中党参炔苷含量的影响[J]. 中兽医医药杂志, 2015(2): 38-41.

[8] 冯 月, 吴文夫, 魏建华, 等. 正交设计优化党参炔苷提取工艺的研究[J]. 人参研究, 2013, 25(2): 46-48.

[9] 冯彬彬, 张建海, 牛小花, 等. Box-Behnken 设计优化庙宇党参中党参炔苷和党参总多糖提取工艺[J]. 中国实验方剂学杂志, 2015, 21(24): 18-21.

[10] 刘同举, 李淑芬, 闵 江, 等. 超临界流体萃取党参中党参炔苷的研究[J]. 中国中药杂志, 2009, 34(5): 560-563.

[11] 石灵高. 银杏总黄酮减压内部沸腾法提取及分离工艺研究[D]. 南宁: 广西大学, 2012.

[12] 郝瑞然. 解吸—减压内部沸腾法提取植物有效成分工艺的研究[D]. 南宁: 广西大学, 2006.

[13] 蔡锦源, 廖登未, 唐 念, 等. 减压内部沸腾提取技术及其在有效成分提取中的应用[J]. 轻工科技, 2016(11): 5-6.

[14] 兰继平, 王雅琪, 黄丽琴, 等. 减压提取对板蓝根提取液中告依春及核苷类成分热稳定性和药效的影响[J]. 中成药, 2015, 37(10): 2167-2171.