

[科研报道]

紫锥菊中菊苣酸大孔吸附树脂纯化工艺的优化

张天锡¹, 史 磊¹, 冯 帅¹, 杨 敏¹, 李 健^{2*}, 李 峰^{1*}

(1. 山东中医药大学, 山东 济南 250355; 2. 山东中医药大学附属医院药学部, 山东 济南 250014)

摘要: 目的 优化紫锥菊中菊苣酸大孔吸附树脂纯化工艺。方法 以比吸附量、解吸率、解吸量为评价指标, 单因素试验筛选树脂种类。以上样液质量浓度、上样液 pH、洗脱体积流量、洗脱剂(乙醇)体积分数为影响因素, 解吸率为评价指标, 正交试验优化纯化工艺。结果 最佳条件为 AB-8 大孔吸附树脂, 上样液质量浓度 3 mg/mL, 上样液 pH 3, 洗脱体积流量 3 BV/h, 洗脱剂体积分数 35%, 洗脱体积 5 BV, 菊苣酸回收率为 91.39%, 纯度由 6.2% 提升至 52%。结论 该工艺稳定可靠, 可用于大孔吸附树脂纯化紫锥菊中菊苣酸, 并能减少该成分在纯化过程中的损失。

关键词: 紫锥菊; 菊苣酸; 大孔吸附树脂; 纯化; 正交试验

中图分类号: R284.2

文献标志码: B

文章编号: 1001-1528(2021)12-3438-05

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2021.12.033

紫锥菊 *Echinacea pupurea* (L.) Moench. 来源于菊科紫锥菊属多年生草本植物^[1], 具有显著的免疫促进作用和抗细菌、抗病毒感染能力, 其提取物在欧美被广泛应用于药品、营养补充剂、保健食品中^[2-5], 它含有多种成分, 如酚酸衍生物、烷基酰胺、多糖、挥发油、生物碱、黄酮、多炔等^[6-7]。国内大多以紫锥菊的地上部分为原料^[8-9], 其乙醇提取物含有丰富的咖啡酸衍生物^[10-12], 其中菊苣酸已被证实具有抗呼吸道合胞病毒(RSV)^[13]、抗流感、提高免疫作用^[14-17]。吴启林^[18]采用大孔吸附树脂纯化菊苣酸, 测定其纯度为 20.2% 左右; 曾栋^[19]以同法纯化该成分, 7% 甲醇洗脱后发现其纯度为 36%, 可知纯度不高、纯化过程中损失较多是目前阻碍其大规模生产应用的关键因素。因此, 本实验优化紫锥菊中菊苣酸大孔吸附树脂纯化工艺, 以期为该成分进一步开发利用提供依据。

1 材料

1.1 药材 紫锥菊购自青州市康达中药材种植专业合作社(批号 2019072432), 经山东中医药大学药学院李峰教授鉴定为菊科植物紫锥菊属紫锥菊 *Echinacea pupurea* (L.) Moench 的干燥地上部分。

1.2 仪器 Agilent 1260 Infinity 型高效液相色谱仪(美国安捷伦科技公司); CPA 2250 型电子分析天平(十万分之一, 德国赛多利斯公司); TDL-5-A 型低速台式离心机(上海安亭科学仪器厂)。

1.3 试剂与药物 AB-8、HPD600、HPD826、D101、DM130、HPD100 型大孔吸附树脂(沧州宝恩吸附材料科技有限公司), 物理性能见表 1。菊苣酸对照品(批号 111752-200902, 纯度 ≥98%, 中国食品药品检定研究院)。甲醇(批号 190259)、乙腈(批号 AS1122-801)为色谱纯(美国 Fisher 公司); 其余试剂均为分析纯(天津市富宇精细化工有限公司)。

表 1 大孔吸附树脂物理性能

型号	粒径/mm	比表面积/ (m ² ·g ⁻¹)	平均孔径/nm	极性
AB-8	0.3~1.25	480~520	13.0~14.0	弱极性
HPD600	0.3~1.25	550~600	80~90	极性
HPD826	0.3~1.25	500~600	90~100	氢键
D101	0.25~0.84	500~550	90~100	非极性
DM130	0.3~1.25	500~550	90~100	非极性
HPD100	0.3~1.2	650~700	85~90	弱极性

2 方法与结果

2.1 菊苣酸含量测定

2.1.1 色谱条件 参照文献[20]报道。ZORBAX SB-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm), 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 流动相 0.2% 磷酸(A)-乙腈(B), 梯度洗脱, 程序见表 2; 体积流量 1.5 mL/min; 检测波长 330 nm; 柱温 35 ℃; 进样量 5 μL。色谱图见图 1。

收稿日期: 2020-08-04

基金项目: 国家科技重大专项(2017ZX09301058); 第六批全国名老中医专家经验传承项目(国中医药人教发[2017]29)

作者简介: 张天锡(1992—), 男, 博士, 从事中药质量控制与资源研究。Tel: 18353102317, E-mail: 704275675@qq.com

* 通信作者: 李 健(1974—), 女, 博士, 副教授, 从事中药质量控制和药效学研究。Tel: 13708928056, E-mail: 770815488@qq.com

李 峰(1957—), 男, 博士, 教授, 从事中药质量控制与资源研究。Tel: 13969141796, E-mail: 13969141796@163.com

网络出版日期: 2020-12-17

网络出版地址: <https://kns.cnki.net/kcms/detail/31.1368.R.20201217.1000.004.html>

表 2 梯度洗脱程序

时间/min	A 0.2% 磷酸/%	B 乙腈/%
0	90	10
13	78	22
14	60	40
17	60	40
17.5	90	10
22	90	10

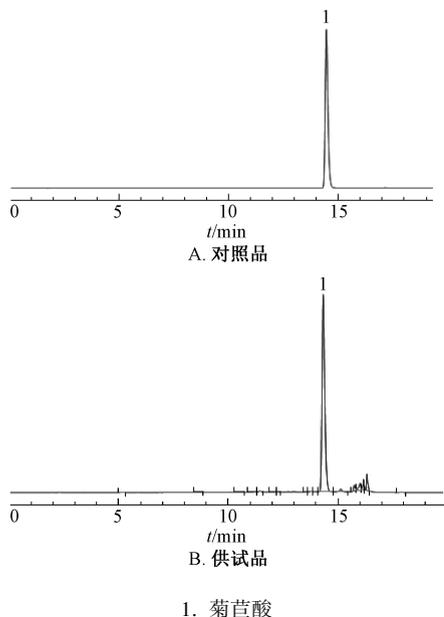


图 1 菊苣酸 HPLC 色谱图

2.1.2 对照品溶液制备 精密称取菊苣酸对照品适量，置于 25 mL 棕色量瓶中，70% 甲醇溶解并定容至刻度，即得（菊苣酸质量浓度为 0.6 mg/mL）。

2.1.3 供试品溶液制备 药材粉碎后过 60 目筛，取细粉约 0.4 g，精密称定，置于具塞锥形瓶中，精密加入甲醇-0.5% 磷酸（5：1）混合溶液 75 mL，称定质量，室温下超声提取 60 min，混合溶液补足减失的质量，摇匀，滤过，收集滤液，即得。

2.1.4 线性关系考察 精密吸取“2.1.2”项下对照品溶液 100、200、400、500、600、1 000 μL ，置于 1 mL 量瓶中，70% 甲醇定容至刻度，制成系列质量浓度溶液，在“2.1.1”项色谱条件下进样测定。以菊苣酸质量浓度为横坐标（X），峰面积为纵坐标（Y）进行回归，得到方程为 $Y=15.432X-212.44$ （ $r=0.9996$ ），在 60~600 $\mu\text{g/mL}$ 范围内线性关系良好。

2.1.5 精密度试验 取“2.1.4”项下溶液，在“2.1.1”项色谱条件下进样测定 6 次，测得菊苣酸峰面积 RSD 为 0.26%，表明仪器精密度良好。

2.1.6 重复性试验 取同一批药材干燥粉末，按“2.1.3”项下方法平行制备 6 份供试品溶液，在“2.1.1”项色谱条件下进样测定，测得菊苣酸含量 RSD 为 1.87%，表明该方法重复性良好。

2.1.7 稳定性试验 取“2.1.3”项下供试品溶液 1 份，

精密移取 1 mL 至 EP 管中，加入 2 mL 70% 甲醇醇沉 5 min 后定容至 5 mL，于 0、2、4、6、8、12 h 在“2.1.1”项色谱条件下进样测定，测得菊苣酸峰面积 RSD 为 0.68%，表明溶液在 12 h 内稳定性良好。

2.1.8 加样回收率试验 取同一批药材干燥粉末，精密称取 0.400 g，精密加入适量“2.1.2”项下对照品溶液，按“2.1.3”项下方法制备供试品溶液，在“2.1.1”项色谱条件下进样测定，测得菊苣酸平均加样回收率为 101.61%，RSD 为 2.3%。

2.2 单因素试验

2.2.1 上样液制备 取药材 700 g，60% 乙醇回流提取 3 次，设定料液比分别为 1：10、1：8、1：6，提取时间分别为 1.5、1、1 h，滤过，合并滤液，减压浓缩至无醇味，离心，取上清液，调节 pH 至 2，抽滤，即得。

2.2.2 大孔吸附树脂预处理 取适量树脂，95% 乙醇浸泡 24 h 后洗至溶液无白色秽浊异物，再用蒸馏水洗至无醇味，备用。

2.2.3 大孔吸附树脂类型筛选 将 AB-8、HPD600、HPD826、D101、DM130、HPD100 型树脂预处理后进行抽滤，分别精密称取 1.000 g，置于 250 mL 具塞锥形瓶中，加入含 2.7 mg/mL 菊苣酸的上样液 20 mL，置于摇床中静态吸附，转速 80 r/min，12 h 后吸取上样液，HPLC 法测定菊苣酸含量。过滤树脂后，去离子水清洗树脂表面残存溶液，再转移到另一具塞锥形瓶中，加入 30% 乙醇 50 mL，置于摇床中解吸附 12 h，解吸液在“2.1.1”项色谱条件下进样测定。以菊苣酸比吸附量、解吸量、解吸率为指标筛选树脂类型，结果见表 3，可知 HPD-100、HPD-826、AB-8 型吸附量均较大，但前两者解吸量、解吸率较低，故最终确定为 AB-8 型。

表 3 6 种大孔吸附树脂对菊苣酸比吸附量、解吸量、解吸率的影响（ $n=3$ ）

型号	比吸附量/ $(\text{mg}\cdot\text{g}^{-1})$	解吸量/ $(\text{mg}\cdot\text{g}^{-1})$	解吸率/%
HPD-100	15.88	7.346	46.17
HPD-600	11.95	4.350	36.93
HPD-826	16.11	5.807	36.23
AB-8	16.81	8.027	48.06
D101	13.04	6.050	47.65
DM130	7.47	2.542	35.66

注：吸附量=原料液体积 \times （吸附前原料液质量浓度-吸附后原料液质量浓度）/树脂湿重，解吸量=解吸液质量浓度 \times 解吸液体积，解吸率=（解吸量/吸附量） \times 100%，吸附率=（吸附量/上样液量） \times 100%。

2.2.4 静态吸附曲线绘制 称取 AB-8 型树脂 5 g，置于 250 mL 具塞锥形瓶中，加入 200 mL 上样液进行静态吸附，每 10 min 取样 1 次，在“2.1.1”项色谱条件下进样测定，绘制静态吸附曲线，结果见图 2。由此可知，随着吸附时间延长，树脂吸附量逐渐增大，前期较快，后期较慢，吸附平衡时间为 180 min，最大吸附量为 80 mg。

2.2.5 上样液 pH 筛选 由于菊苣酸在 pH 低于 2 时极易

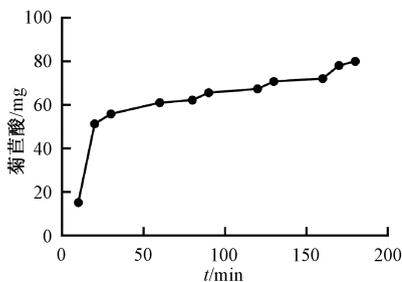


图2 AB-8型树脂静态吸附曲线

分解, 稳定性差, 故选择 pH 高于 2 的条件进行考察。将上样液 (pH = 5.6) 平均分为 6 份, 每份 20 mL, 6 mol/L HCl、10% NaOH 溶液分别调 pH 至相应值, 置于含 1 g AB-8 树脂的 250 mL 具塞锥形瓶中, 摇床上静态吸附 12 h, 取样检测。过滤树脂, 去离子水清洗树脂表面残存的溶液, 转移至已包好锡箔纸的 250 mL 具塞锥形瓶中, 加入 50 mL 30% 乙醇解吸 12 h, 洗脱液在“2.1.1”项色谱条件下进样测定, 计算比吸附量、解吸量、解吸率, 结果见表 4。由此可知, 当 pH 为 2 时 AB-8 型树脂比吸附量、解吸量最大。

表4 上样液 pH 对菊苣酸比吸附量、解吸量、解吸率的影响 (n=3)

pH	比吸附量/(mg·g ⁻¹)	解吸量/(mg·g ⁻¹)	解吸率/%
2	25.03	12.43	49.67
3	15.40	6.79	44.49
4	11.33	2.91	27.86
5.6	4.93	2.16	43.82
7	10.26	2.36	22.82
8	15.22	2.33	15.41

2.2.6 上样液质量浓度筛选 量取 pH 为 2 的上样液 200 mL, 以 2 BV/h 的体积流量加到径高比 1:5 的树脂柱内循环吸附 3 h, 收集循环液, 在“2.1.1”项色谱条件下进样测定, 计算吸附量、吸附率, 结果见表 5。由此可知, 随着上样液质量浓度增加, 吸附量呈递增趋势, 但泄漏量也随之增大, 从而大大降低吸附效率, 增加生产成本, 最终选择 2~3 mg/mL 作为上样液质量浓度。

表5 上样液质量浓度对菊苣酸吸附量、吸附率的影响 (n=3)

上样液/(mg·mL ⁻¹)	吸附量/mg	吸附率/%
0.81	78.8	48.62
1.64	126.6	38.60
2.06	198.6	48.20
3.72	304.7	40.85
4.20	255.0	30.36
5.67	354.6	31.26

2.2.7 上样体积流量筛选 量取 4 份质量浓度 2.62 mg/mL、pH 2 的上样液, 于径高比 1:5 的层析柱内调节吸附速度为相应数值, 循环吸附 3 h, 量取 500 mL 蒸馏水至层析柱中, 洗去树脂表面残存的上样液, 收集水液与流出液, 在“2.1.1”项色谱条件下进样测定, 计算吸附量、吸附率,

结果见表 6。由此可知, 随着上样体积流量增加, 树脂吸附量逐渐降低, 吸附率也随之减少, 为确保树脂的最大吸附量, 最终选择 2 BV/h 作为上样体积流量。

表6 上样体积流量对菊苣酸吸附量、吸附率的影响 (n=3)

上样体积流量/(BV·h ⁻¹)	吸附量/mg	吸附率/%
2	177.51	32.09
3	142.67	25.80
4	141.26	25.78
5	136.47	24.89

2.2.8 径高比筛选 选取径高比 1:3、1:5、1:7、1:9 的玻璃柱, 以 AB-8 型树脂进行湿法装柱, 调节上样体积流量为 2 BV/h, 量取 200 mL 药液至层析柱中, 收集液循环吸附 3 h, 再量取 500 mL 蒸馏水至层析柱中, 洗去树脂表面残存上样液, 收集水液与流出液, 在“2.1.1”项色谱条件下进样测定, 计算吸附量、吸附率, 结果见表 7。由此可知, 径高比越大, 吸附率越高, 故不能作为选择径高比的指标, 可改为比吸附量, 当径高比为 1:5 时最大, 最终选择 1:5 作为径高比。

表7 径高比对菊苣酸吸附量、吸附率的影响 (n=3)

径高比	吸附量/mg	吸附率/%	比吸附量/(mg·g ⁻¹)
1:3	72.84	13.96	7.21
1:5	186.43	35.71	11.45
1:7	222.70	42.33	9.98
1:9	239.77	45.58	8.01

2.2.9 泄露曲线绘制 量取适量树脂装入层析柱中, 使其径高比为 1:5, 量取 400 mL 质量浓度为 2.76 mg/mL、pH 为 2 的药液加到层析柱中, 以 2 BV/h 体积流量进行动态吸附, 每只试管收集 10 mL 流出液, 在“2.1.1”项色谱条件下进样测定, 绘制泄露曲线, 结果见图 3。由此可知, 在上样量为 100 mL 时发生泄露; 为 130 mL 时, 泄漏量为菊苣酸原质量浓度的 10%, 为确保该成分吸附完全, 最终选择 130 mL 作为上样量, 即 4 BV。

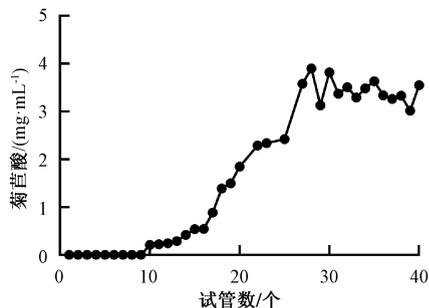


图3 菊苣酸泄露曲线

2.2.10 洗脱剂 (乙醇) 体积分数筛选 表 8 显示, 在乙醇体积分数为 30%、50% 时, 菊苣酸解吸量、解吸率较大, 考虑到经济因素, 最终选择 30% 作为洗脱剂体积分数。

2.2.11 洗脱体流量筛选 量取上样液 130 mL, 置于径高比 1:5 的层析柱中, 以 2 BV/h 体积流量循环吸附 3 h,

加入蒸馏水3 BV (pH=2), 当流出液经 Molish 反应呈阴性时, 加入 500 mL 30% 乙醇, 在 2、3、4 BV/h 体积流量下洗脱, 收集洗脱液, 在“2.1.1”项色谱条件下进样测定, 计算解吸量、解吸率, 结果见表 9。由此可知, 在 2、4 BV/h 体积流量下解吸率相近, 考虑到经济效益, 最终选择 4 BV/h 作为洗脱体积流量。

表 8 洗脱剂体积分数对菊苣酸解吸量、解吸率的影响 (n=3)

乙醇/%	解吸量/mg	解吸率/%
0	142.50	34.40
10	200.94	59.23
30	270.28	77.16
50	258.21	80.14
70	186.87	55.26

表 9 洗脱体积流量对菊苣酸解吸量、解吸率的影响 (n=3)

洗脱体积流量/(BV·h ⁻¹)	解吸量/mg	解吸率/%
2	267.92	80.06
3	239.98	69.96
4	262.39	79.30

2.2.12 洗脱曲线绘制 设定解吸条件为上样液质量浓度为 2.7 mg/mL, pH 为 2, 上样体积流量为 2 BV/h, 上样体积为 130 mL, 取 3 份上样液至径高比为 1:5 的层析柱中, 动态循环吸附 3 h, 加入 3 BV 蒸馏水使流出液经 Molish 反应呈阴性, 加入 30% 乙醇洗脱, 收集洗脱液, 每管 10 mL, 在“2.1.1”项色谱条件下进样测定, 绘制洗脱曲线, 结果见图 4。由此可知, 洗脱体积为 11 BV 时可将菊苣酸完全洗脱下来, 并且该成分富集化部位主要集中在 5 BV, 此时其纯度为 36.5%, 解吸率为 80.2%, 故选择 5 BV 作为洗脱体积。

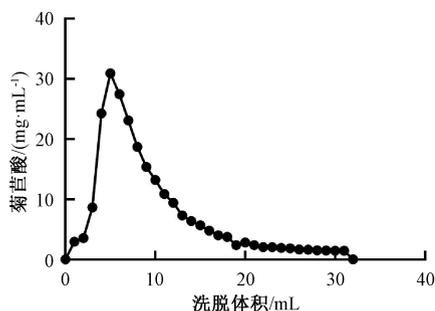


图 4 菊苣酸洗脱曲线

2.3 正交试验 在单因素试验基础上, 选择上样液质量浓度 (A)、上样液 pH (B)、洗脱体积流量 (C)、洗脱剂体积分数 (D) 作为影响因素, 解吸率 (Y) 作为评价指标, 因素水平见表 10, 结果见表 11, 方差分析见表 12。由此可知, 各因素影响程度依次为 D>B>A>C, 最优工艺为 A₃B₂C₂D₃, 即上样液质量浓度 3 mg/mL, 上样液 pH 3, 洗脱体积流量 3 BV/h, 洗脱剂体积分数 35%。

2.4 验证试验 将“2.3”项下结果进行 3 批验证试验, 结果见表 13。

表 10 因素水平

因素	水平		
	1	2	3
A 上样液/(mg·mL ⁻¹)	2	2.5	3
B 上样液 pH	2	3	4
C 洗脱体积流量/(BV·h ⁻¹)	2	3	4
D 洗脱剂/%	25	30	35

表 11 试验设计与结果

试验号	A	B	C	D	Y 解吸率/%
1	1	1	1	1	46.930
2	1	2	2	2	76.700
3	1	3	3	3	58.675
4	2	1	2	3	93.722
5	2	2	3	1	60.980
6	2	3	1	2	62.270
7	3	1	3	2	89.529
8	3	2	1	3	95.679
9	3	3	2	1	53.022
平均值 1	0.608	0.767	0.683	0.536	—
平均值 2	0.723	0.778	0.745	0.762	—
平均值 3	0.794	0.580	0.697	0.827	—
极差	0.186	0.198	0.062	0.291	—

表 12 方差分析

来源	离均差平方和	自由度	均方	F 值	P 值
A	0.053	2	0.027	8.833	>0.05
B	0.074	2	0.037	12.333	>0.05
C	0.006	2	0.003	1.000	>0.05
D	0.139	2	0.070	23.167	<0.05

表 13 验证试验结果 (n=3)

指标	1	2	3	平均值
纯度/%	48.44	56.25	51.30	52.00
回收率/%	93.66	91.28	89.24	91.39

3 讨论

本实验创新之处在于大孔树脂洗脱溶剂的选择较前期文献有所改进, 采用纯化水 (pH=3)、不同体积分数乙醇梯度洗脱的方式进行除杂, 既减少了菊苣酸在纯化过程中的损失, 又能使该成分洗脱富集化, 从而其平均纯度可达到 52.00%, 较纯化前提高了近 8 倍。但菊苣酸对温度较敏感, 在洗脱液减压浓缩过程中温度过高会造成该成分损失较大, 故今后将系统考察温度对其稳定性的影响。

综上所述, 紫锥菊中菊苣酸最优大孔吸附树脂纯化工艺为 AB-8 大孔吸附树脂, 上样液质量浓度 3 mg/mL, 上样液 pH 3, 洗脱体积流量 3 BV/h, 洗脱剂体积分数 35%, 洗脱体积 5 BV, 能达到较好的分离纯化效果, 具有成分损失少、吸附量大、吸附速度快、易于解吸附、树脂再生处理简单、使用周期长等优点, 适合大规模工业化生产。同时可有效地提高提取物中该成分纯度, 为其后续精制奠定基础。

参考文献:

[1] 杜妍, 甘春丽, 曾庆轩, 等. 紫锥菊中酚酸类化合物的

- 合成[J]. 哈尔滨医科大学学报, 2017, 51(3): 200-205.
- [2] 韩琳娜, 周凤琴. 我国引种药用植物紫锥菊研究进展[J]. 中华中医药学刊, 2012, 30(8): 1799-1802.
- [3] 肖培根. 国际流行的免疫调节剂——紫锥菊及其制剂[J]. 中草药, 1996, 27(1): 46-48.
- [4] 岑国栋, 锥蓬轶, 高永翔. 紫锥菊药理作用研究进展[J]. 现代药物与临床, 2010, 25(1): 15-18.
- [5] 张英涛, 王 弘, 刘文芝, 等. 松果菊属药用植物的应用基础研究[J]. 北京大学学报(医学版), 2004, 36(1): 90-93.
- [6] 辛 杰, 韩琳娜, 周凤琴. 正交试验法优选紫锥菊中菊苣酸提取工艺[J]. 山东中医药大学学报, 2012, 36(6): 539-541.
- [7] 窦德明, 崔树玉, 曹永智, 等. 引种紫锥菊有效成分菊苣酸含量研究[J]. 中草药, 2001, 32(11): 987-988.
- [8] 李 健, 张爱均, 刘 雯, 等. 紫锥菊地上部分4种酚酸类成分的HPLC法测定研究[J]. 辽宁中医杂志, 2017, 44(9): 1935-1937.
- [9] 姚兴东, 聂园梅, Datta-Gupta N. 紫锥花种属中酚类化合物的HPLC分析[J]. 分析科学学报, 2006, 22(2): 199-201.
- [10] 郭建伟. 紫锥菊中菊苣酸和单咖啡酰酒石酸纯化工艺及菊苣酸性研究[D]. 长沙: 湖南师范大学, 2009.
- [11] 李 晶, 聂 斌, 武 力, 等. 引种紫锥菊中菊苣酸的定性定量分析[J]. 药物分析杂志, 2011, 31(9): 1804-1807.
- [12] 王 弘, 刘文芝, 鲁晓蕾, 等. 松果菊中有效成分菊苣酸的含量测定[J]. 中国中药杂志, 2002, 27(6): 418-420.
- [13] 李 峰, 李 健, 李 娜. 菊苣酸在制备抗呼吸道合胞病毒的药物中的应用, 中国: CN107050010A [P]. 2017-08-18.
- [14] 赵咏梅, 杨 力. 紫锥菊中菊苣酸喷雾提取工艺的研究[J]. 陕西农业科学, 2018, 64(10): 32-35.
- [15] 肖正中, 郭苏晓. 紫锥菊提取物对小鼠免疫功能的影响[J]. 江苏农业科学, 2011, 39(3): 275-276.
- [16] 胡 梅, 柴建亭, 邱 妍. 不同浓度紫锥菊多糖对鸡脾脏淋巴细胞的影响[J]. 黑龙江畜牧兽医, 2013(6下): 115-116.
- [17] 宋红卫, 李秀菊, 岳 立. 紫锥菊提取物对肉仔鸡免疫功能的影响[J]. 饲料博览, 2014(6): 7-10.
- [18] 吴启林, 袁其朋, 陈养文. 紫锥菊中菊苣酸提取纯化工艺研究[J]. 中草药, 2004, 1(9): 40-42.
- [19] 曾 栋, 陈 波, 罗旭彪, 张 斐, 等. 大孔吸附树脂对紫锥菊提取物中菊苣酸分离纯化的研究[J]. 天然产物研究与开发, 2004, 16(2): 160-162.
- [20] The United States Pharmacopoeial Convention. United States Pharmacopoeia[S]. 2019: 365.

超声辅助低共熔溶剂提取红豆杉叶总黄酮工艺的优化

江石平, 朱婉萍*

(浙江省中医药研究院, 浙江 杭州 310007)

摘要: 目的 优化超声辅助低共熔溶剂提取红豆杉叶总黄酮工艺。方法 在单因素试验基础上, 以低共熔溶剂(氯化胆碱-乙二醇-水)体积分数、液料比、提取时间为影响因素, 总黄酮提取率为评价指标, 响应面法优化提取工艺。结果 最佳条件低共熔溶剂体积分数72%, 液料比27:1, 提取时间51 min, 总黄酮提取率6.703%。结论 低共熔溶剂作为提取介质时, 具有高效、环保的特点, 可用于红豆杉叶总黄酮的提取。

关键词: 红豆杉叶; 总黄酮; 提取; 超声; 低共熔溶剂; 响应面法

中图分类号: R284.2

文献标志码: B

文章编号: 1001-1528(2021)12-3442-04

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2021.12.034

低共熔溶剂是一种新型溶剂, 它是由某些固体有机分子与特定的离子型化合物按照一定比例混合, 在室温下呈液体状态的低共熔混合物^[1], 具有低熔点、低成本、低毒性、易制备、能再生、可生物降解等优点^[2]。现代研究表

明, 低共熔溶剂能显著提高多酚、黄酮、多糖等成分的提取率^[3-4], 是提取中药活性成分的理想溶剂。

南方红豆杉 *Taxus chinensis* var. *mairii* 是国内特有的红豆杉科红豆杉属植物^[5], 其叶中成分主要为紫杉萜、黄

收稿日期: 2020-05-16

基金项目: 浙江省中医药科技计划重点研究项目(2016ZZ002)

作者简介: 江石平(1991—), 男, 硕士, 实习研究员, 从事中药有效成分分析及药效研究。Tel: 18258151352, E-mail: 805793833@qq.com

*通信作者: 朱婉萍(1974—), 女, 博士, 研究员, 从事中药有效成分分析及药效研究。Tel: (0571) 88849087, E-mail: zhwanp@163.com