

三七总皂苷提取工艺的研究*

索建兰, 沈峰, 米海林**

(宝鸡文理学院 化学化工系, 宝鸡 721013)

摘要 目的: 优选出三七总皂苷提取工艺。方法: 采用正交设计法安排试验进行优选, 以分光光度法测得总皂苷的含量为指标进行评价, 利用多元回归分析, 确定最佳提取工艺参数。结果: 选用回流提取法对三七总皂苷进行提取, 最佳工艺条件为: 选用 60% 的乙醇, 总量为药材的 8 倍, 浸泡 40 min, 热回流 3 次, 每次 1 h。结论: 三七总皂苷得率高, 稳定性好, 适合工业生产。
关键词: 三七; 总皂苷; 正交试验; 生产; 分光光度法

中图分类号: R917

文献标识码: A

文章编号: 0254-1793(2011)06-1197-02

Study on extraction of total panax notoginseng saponin*

SUO Jian-lan, SHEN Feng, MI Hai-lin**

(Department of Chem. & Chem Eng, Baoji University of Arts & Sciences, Baoji 721013, China)

Abstract Objective: To study the extraction process for the total saponins in *Panax notoginseng* (Burk.) F. H. Chen. **Method:** To set up the experiment by the way of orthogonal design and optimized the selection. Use the total saponins content and total saponins extracting rate, which is measured by the way of sepectrophotometry, as the detective markers to evaluate the experiment. To fix on optimized parameters for extraction process through multiple linear regressions. **Results:** Indicated the optimum extraction process was adding 8 times amount of 60% alcohol, soaking for 40 minutes, refluxing and extracting for 3 times and 1 hour each time. The extraction process could raise the yield of ontoginseng saponin. **Conclusion:** The conclusion was this extraction process showed higher yield of notoginseng saponin, good stability and was available for industrial production.

Key words: *Panax notoginseng*; notoginseng saponin; orthogonal design; industrial production; sepectrophotometry

三七(*Panax notoginseng* (Burk.) F. H. Chen) 是我国的传统珍贵药材为五加科人参属植物, 以干燥的根入药, 别名山漆、金不换、田三七、田漆、田七、参三七、血七、人参三七、滇三七。从三七中分离得到 20 种达玛烷(Dammarane) 型皂苷^[1], 根据水解后次皂苷元结构的不同, 分为人参皂苷(Ginsenoside) Rg、Rb、Ro 3 种类型, 包括人参皂苷 Rg₁、Rg₂、Rb₁、Rb₂、Rb₃、Rc、Rd、Re、Rh、F2、三七皂苷 R₁、R₂、R₃、R₆、Fa、Fc、Fe、R₄ 等; 并含有三七黄酮 A、三七黄酮 B、挥发油、生物碱、多糖、氨基酸-β-草酰基-L-α,β-二氨基丙酸(deneichine) 等有效成分, 其中以人参皂苷 Rg₁、Rb₁ 等的含量较高^[2,3]。

在生产中由于提取方法的不同, 其有效成分的含量也存在很大的差异, 为了建立合理的提取工艺, 采用正交试验对三七总皂苷的提取工艺进行了优

化。

1 材料与方法

1.1 仪器 UV-2550 紫外可见分光光度计(日本岛津); SHB-III 循环水式多用真空泵; R-1002 旋转蒸发仪; 水浴锅; 数显恒温水浴锅; 分析天平; 电子调温电热套。

1.2 试剂与药材 人参皂苷 Rg1 对照品(成都巨帮生物工程有限公司); 三七(采于太白山); 其他试剂均为分析纯。

1.3 提取工艺

1.3.1 水煎煮法 称取三七 10 g, 加 10 倍量的水, 煎煮 2 次, 每次 1 h, 过滤, 合并 2 次滤液, 减压浓缩, 乙醇定容至 100 mL 备用。

1.3.2 醇回流法 称取三七 10 g, 加 10 倍量 60% 乙醇回流提取 2 次, 每次 1 h, 过滤, 合并 2 次滤液,

* 陕西省植物化学重点实验室重点项目(2010JS067) 宝鸡文理学院重点项目(ZK0933)

** 通讯作者 Tel: (0917) 3365996; E-mail: sj1660@163.com

减压浓缩,乙醇定容至 100 mL 备用。

1.4 三七总皂苷的测定

1.4.1 供试品的制备 精密吸取三七提取液 4 mL,置水浴中蒸发挥干,用乙醇溶解,定容置 50 mL,然后从中精密吸取 1 mL 置水浴中挥干溶剂,加入浓硫酸 2 mL,于 80 °C 恒温水浴中加热反应 1.5 h,立即置于冷水浴中冷却 5 min,加入乙醇定容到 50 mL,摇匀,放置 30 min,即得供试品^[1,4]。

1.4.2 吸收波长的选择 以文献^[5]之方法,将供试品在波长 200 ~ 700 nm 扫描,得到吸收光谱。结果在 274.5 nm 有最大吸收波,所以选择 274.5 nm 为最大吸收波长。

1.4.3 标准曲线绘制 精密称取人参皂苷 Rg1 对照品 7.5 mg,加入适量的乙醇,在水浴中使之溶解,放冷后用乙醇定容,即得标准溶液(0.15 mg · mL⁻¹)。精密量取 1,2,3,4,5,6 mL,分别置于 50 mL 量瓶中,加入浓硫酸 2 mL,于 80 °C 恒温水浴中反应 1.5 h,置于冷水浴中冷却 5 min,加入乙醇定容至 50 mL,摇匀,放置 30 min,以试剂空白为参比,在波长为 274.5 nm 处测定吸光度 A,各个浓度(C)相应的吸光度 A 统计处理,得回归方程:

$$Y = 0.1159X - 0.0016 \quad R^2 = 0.9897$$

2 结果与讨论

2.1 2 种不同提取方法的比较 以试剂空白为对照,于 274.5 nm 处测定各个供试品的吸光度,由标准曲线计算出三七总皂苷的含量。结果表明,采取水煎煮法、醇回流法^[6]提取的三七总皂苷含量分别为 7.19%,7.50%。考虑到三七中含有大量淀粉,有糊化现象,因此经过综合考虑比较后选择乙醇回流法作为最佳提取方法。

2.2 浸泡时间优选 采用 60% 乙醇,沸腾回流 2 次,每次 1 h,所得滤液合并测其吸光度,计算三七总皂苷含量(%)。结果显示,浸泡 40 min 所得三七总皂苷类含量最多,60 min 次之;因此综合考虑可选 40 min 为最佳浸泡时间。

2.3 测定方法的验证及推广 以试剂空白为对照,在波长为 274.5 nm 处测得长白山三七供试品的吸光度,由标准曲线计算出三七总皂苷的含量,见表 1。

2.4 正交试验结果

选定提取次数(A)、乙醇浓度(B)、乙醇用量(C)、加热时间(D)为参考因素,每个因素各取 3 个水平进行正交试验,即四因素三水平。由正交试验结果可以看出,各个因素的影响顺序是: A > D > B >

表 1 三七皂甙含量测定结果

Tab 1 The determined results of *Panax Notoginseng Saponins*

试验号 (test No.)	吸收度 (absorptance)	浓度(concentration) /mg · mL ⁻¹	含量 (content) /%
1	0.098	0.0097	6.06
2	0.099	0.0099	6.19
3	0.108	0.0109	6.81
4	0.123	0.0126	7.88
5	0.117	0.0119	7.44
6	0.114	0.0116	7.25
7	0.111	0.0113	7.06
8	0.12	0.0123	7.69
9	0.124	0.0127	7.94

C。同时得出最佳提取工艺的条件为 A₃B₃C₂D₁ 即用 60% 的乙醇作为提取剂,提取 3 次,每次 1 h,乙醇用量为提取物质量的 8 倍。

通过不同提取方法的比较,结果发现回流提取适合总皂苷类成分的浸出。乙醇浓度、提取次数、加热时间对三七总皂苷的提取具有显著地影响,综合考虑三七提取的最佳工艺条件应为: 60% 的乙醇浸泡 40 min,加醇量为药材量的 8 倍,回流 3 次,每次 1 h。

这种三七总皂苷的检测方法,具有速度快、灵敏度高、重现性好等特点,经过方法学验证,重现性和稳定性明显优于香草醛比色法。

参考文献

- 1 WANG Xing-wen(王兴文). Total saponins of *Panax Notoginseng* (水提三七皂苷). *J Coll Tradit Chin Med*(云南中医学院学报), 2001,24(3):1
- 2 ZHENG Ying(郑莹), LI Xu-wen(李绪文), JIN Yong-ri(金永日). RP-HPLC determination of flavonoids in the leaves of *Panax Notoginseng*(Burk) F. H. chen(RP-HPLC 法测定三七叶中黄酮类成分的含量). *Chin J Pharm Anal*(药物分析杂志), 2005,25(9): 1089
- 3 HUANG Zhao-gang(黄赵刚), ZHANG Guo-hua(张国华), LI Jun(李俊), et al. Simultaneous determination of 11 compounds of Saponins of *Panax notoginseng* by RP-HPLC(RP-HPLC 法测定三七中 11 种皂苷的含量). *Chin J Pharm Anal*(药物分析杂志), 2006,26(9):1281
- 4 RAO Gao-xiong(饶高雄), WANG Xing-wen(王兴文). Discussion on analytical method for saponins from *Panax notoginseng*(三七皂苷的检测与分析方法). *J Coll Tradit Chin Med*(云南中医学院学报), 2001,24(3):4
- 5 LIU Bin(刘斌). Analisi of Chinese Drugs Preparation(中药制剂分析). Beijing(北京): Science Press(科学出版社), 2005.9

(本文于 2011 年 3 月 17 日修改回)