

天麻中天麻素的提取工艺

张媛 袁其朋

(北京化工大学生命科学与技术学院, 北京 100029)

摘要 目的 考察影响天麻中天麻素的提取因素。方法 采用正交试验法, 以提取液中醇浸膏收率及天麻素的含量为考察指标。结果 提取的最佳条件70 °C下, 用40%乙醇提取3次, 每次2h, 6倍量乙醇。结论 所用工艺稳定可行。

关键词 天麻素; 天麻; 正交试验; 提取

天麻又名赤箭、赤箭根、赤箭兰、定风草、明天麻、水洋芋、山土豆等, 是兰科多年寄生植物天麻(*Gastrodia elata* Bl.) 的干燥块茎, 为常用名贵中药材^[1,2]。主产于四川、云南、贵州、陕西等省, 安徽省大别山区、皖南山区也有出产。天麻为我国著名常用中药之一, 味甘性平, 入肝经。《本草纲目》记载天麻主治诸风湿痹、四肢拘挛、瘫痪不随, 风虚眩晕头痛^[3,4]。天麻的主要有效成分之一为天麻素, 即对羟基苯- β -D-吡喃葡萄糖甙。药理实验表明天麻素对动脉粥样硬化导致的锥基底动脉供血不足疗效显著。此外还对心脏缺血有保护作用、具有温和的降压作用、拮抗兴奋性氨基酸神经毒性以及对模拟脑缺血再灌注损伤星形胶质细胞有良好的保护作用^[5-8]。本试验对天麻中天麻素的提取工艺进行了研究, 为天麻中有效成分的药用开发发展提供一些参考依据。

1 实验部分

1.1 实验材料

实验所用天麻陕西汉中市药材总公司提供。

1.2 仪器与试剂

恒温磁力搅拌器(JB-2上海雷磁新泾仪器有限公司); 离心机(TDL-5 上海安亭科学仪器厂); 旋转蒸发仪(RE-52A 上海亚荣生化仪器厂); 微量进样器(25 μ L, 上海医用仪器厂); HPLC 仪(日本岛津高效液相色谱仪, UV-VISL-7420型紫外检测仪, T2000色谱工作站)。

乙醇, 甲醇, 二氯甲烷, 磷酸(分析纯, 北京化工厂); 乙腈(色谱纯, 迪马公司); 天麻素对照品(中

国药品生物制品检定所)。

1.3 实验方法^[9-11]

1.3.1 色谱条件 色谱柱: Diamonsil TMC18 柱(250mm \times 4.6, 5 μ m); 流动相: 乙腈:0.05% 磷酸溶液=3:97; 检测波长: 220nm; 柱温为35 °C; 流速1mL/min; 进样量 10 μ L。

1.3.1.1 流动相的选择 分别选择乙腈:水, 甲醇:水, 乙腈:磷酸溶液为流动相, 对天麻素标准样品进行检测。结果发现, 使用乙腈:水, 甲醇:水体系时, 样品峰脱尾现象严重, 且样品峰附近杂峰较多。确定使用乙腈:磷酸溶液为流动体系, 天麻素与其最相邻组分峰的分度大。

1.3.1.2 检测波长的选择 配制0.1mg/mL天麻素溶液20mL, 在190-310nm 范围内进行紫外扫描, 结果证明天麻素在220nm 处有最大吸收。

1.3.2 天麻标准液制备 取经80 °C干燥恒重的天麻素对照品约10mg, 精密称定, 置100mL容量瓶中, 加流动相溶解, 稀释至刻度, 摇匀, 做成贮备液(10.3mg/100mL)。用时精密吸取贮备液10mL, 置25mL容量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 即得标准品溶液。每1mL 约含天麻素对照品0.05mg(0.0412mg/mL)。

1.3.3 样品溶液的制备

取干燥并粉碎过60目筛的天麻, 精密称定, 置圆底烧瓶中, 在70 °C下, 按正交设计安排的各项实验条件加入一定浓度(A)、一定体积(B)的乙醇, 回流提取规定的次数(C)及时间(D), 过滤, 合并滤液, 用旋转蒸发仪减压回收乙醇, 使滤液成膏, 计算得膏率。并采用HPLC法测定天麻素含量。正交试验各参数设

作者简介: 张媛(1983-), 女, 硕士研究生。

通讯作者: 袁其朋, 北京化工大学生命科学与技术学院 E-mail: xiaowen6510@sina.com 15169207393

计见表 1

表 1 正交设计因素水平表

水平	A(ml/L)B	(倍)	C(次数)	D(小时)
1	400	6	1	1
2	500	8	2	2
3	600	10	3	3

1.3.4 标准曲线的制作

分别精密吸取对照品溶液(0.0412mg/mL) 1.0, 3.0, 5.0, 7.0, 9.0 μ L, 依次注入液相色谱仪, 按上述色谱条件测定, 以进样量(μ g)为横坐标, 天麻素峰面积为纵坐标, 得回归方程为 $Y = 90225X - 46325$, $r = 0.9995$ 。结果表明, 天麻素在 0.0412 ~ 0.4253 μ g 呈良好的线性关系。

1.3.5 精密度实验

精密吸取同一供试品溶液10 μ L, 连续进样5次, 测定天麻素峰面积积分值平均为395430, RSD=1.16%, 结果表明仪器精密度良好。

1.3.6 稳定性实验

取同一供试品溶液, 依法分别于 0, 2, 4, 6, 8, 12h 测定, 结果天麻素峰面积积分值平均为 229 589.068, RSD = 1.49%, 表明本品在 12h 内稳定性良好。

1.3.7 重现性实验

取同一批号样品5份, 分别独立按供试品溶液制备方法制成样品溶液, 在上述色谱条件下测定, 测得RSD=1.33%, 结果表明方法重现性良好。

1.3.8 样品回收率实验

精密称取已知含量的样品约0.5mg, 精密加入含天麻素对照品的甲醇溶液(天麻素10.3 μ g/mL) 25mL, 依供试品制备方法制备样品溶液。在上述色谱条件下测定 5 次。计算回收率, 平均回收率为 98.69%, RSD=1.20%, 表明天麻素回收率良好。

2 实验结果

正交试验与结果

采用正交试验是为了研究提取条件对天麻中活性成分天麻素的影响, 按外标法以峰面积计算天麻素的含量。见表 2, 表 3。

3 结论

通过正交试验结果可以发现, 回流提取规定的次数(C)及时间(D)对天麻中天麻素的提取均有较大影响, 其中以提取次数影响为最大, 乙醇浓度(A)及加入体积(B)影响不大。故以天麻素的含量为评

表 2 天麻提取正交实验结果

实验号	A	B	C	D	天麻素含量/(%)
1	1	1	1	1	0.865
2	1	2	2	2	1.443
3	1	3	3	3	1.767
4	2	1	2	3	1.549
5	2	2	3	1	1.398
6	2	3	1	2	0.998
7	3	1	3	2	1.546
8	3	2	1	3	1.008
9	3	3	2	1	1.264
K1	1.358	1.320	0.957	1.176	
K2	1.135	1.283	1.419	1.329	
K3	1.273	1.343	1.570	1.441	
R	0.085	0.060	0.613	0.265	

表 3 方差分析结果

因素	偏差平方和	自由度	F	F临界值
A	0.011	2	0.103	
B	0.005	2	0.047	
C	0.612	2	5.727	19.00
D	0.107	2	1.000	
误差	0.11	2		

价指标, 天麻最佳提取工艺条件为: 70 $^{\circ}$ C下, 采用 6 倍量的 40%乙醇回流提取 2h, 提取 3 次。在该工艺条件下, 天麻的出膏率为 45.57%, 天麻素含量 6.82 mg/g。

参考文献

- [1] 胡一冰, 崔佳, 韩笑, 邱德文, 许建阳. 中药天麻研究进展[J]. 贵州中医学院学报, 2001, 2-3(4): 48-51
- [2] Lan Jin, Xu Jintang, Li Jingshu. Symbiotic Relation Between *Gastrodia elata* and *Armillariella mellea* by Autoradiography[J]. *Acta Mycol. Sin.*, 1994, 13(3): 219-222
- [3] Ching-Liang Hsieh, Nou-Ying Tang, Su-Yin Chiang, Ching-Tou Hsieh, Jaung-Geng Lin. ANTICONVULSIVE AND FREE RADICAL SCAVENGING ACTIONS OF TWO HERBS, *UNCARIA RHYNCHOPHYLLA* (MIQ) JACK AND *GASTRODIA ELATA* L., IN KAINIC ACID-TREATED RATS [J]. *Life Sciences*, 1999, 65(20): 2071-2082
- [4] Hyeon-Ju Kim, Kwang-Deog Moon, Sang-Young Oh, sang-Pyo Kim, Seong-Ryong Lee. E ther fraction of methanol extracts of *Gastrodia elata*, a traditional medicinal herb, protects against kainic acid-induced neuronal damage in the mouse hippocampus[J]. *Neuroscience Letters*, 2001, 314: 65-68
- [5] 金文姗, 田德蓄. 天麻的化学和药理研究[J]. 中药研究与信息, 2001, 2(6): 12-14

- [6] 张宏杰,周建军,李新生.天麻研究进展[J].氨基酸和生物资源,2003,25(1):17-20
- [7] 谢笑天,李海燕,王强等.天麻化学成分研究概况[J].云南师范大学学报,2004,24(3):22-25
- [8] 郝小燕,谭宁华,周俊.天麻的化学成分[J].云南植物研究,2000,22(1):81-84.
- [9] 中国药典一部[S].2005,39
- [10] 谢笑天,郑萍,杨明惠等.HPLC法对天麻素及其制剂中天麻素的定量分析[J].中草药,2001,32(6):513-515
- [11] 孙学勤,葛文超,许钊,李庆林,刘金旗,彭代银.天麻有效成分提取工艺研究[J].安徽中医学院学报,2007,26(2):38-40

Extraction process of gastrodin from tuber of *Gastrodia elata*

Yuan Zhang, Qi-peng Yuan

(Key Laboratory of Bioprocess of Beijing, Beijing University of Chemical Technology, Beijing 100029, China)

Abstract Objective To study the extraction conditions of gastrodin in *Gastrodia elata*. **Methods** Orthogonal experiment design was adopted. The index was the quantity of alcohol extract and the content of gastrodin in the extract. **Results** The optimum extracting conditions of gastrodin were as follows: 70%, 6 times of 40% alcohol, extracting for three times, 2h each time. **Conclusion** The extraction procedure is stable and operative. **Key words** Gastrodin; *Gastrodia elata*; Orthogonal experimental design; Extraction;

新闻动态

巴西找到医治精神创伤新方法

据巴西媒体6月9日报道,巴西圣保罗联邦大学一项研究表明,一种名为“人际间疗法”的特殊集体性治疗方法,对治疗遭受精神创伤后,包括事故后、遭抢劫后、经历战争后等心理紧张的有效率达到80%。

该项目名为“对遭受暴力的人进行治疗与科研项目”,项目主持人、心理学家罗莎里·坎巴尼尼介绍说,由杰拉德·克莱曼于1984年发明的“人际心理疗法”,十分简略,着重于亲属间的交流。“我们这种人际交流方法与其不同,这是一种跳出自我、放大他人、重组交际关系的方法”,“经过治疗后,患者重新回到工作、家庭、朋友及过去的行为模式中”。

该项目包括40名患者,其中大部分人(57.7%)经受过抢劫、突袭或生命遭受过危险,还有人遭受过性侵害、非法监禁或家庭成员被谋杀等。50%的患者自述其症状得到缓解,包括沮丧、焦虑等症状,80%的患者生活质量和与社会的交际状况改善。治疗效果以一种国际记分指标进行衡量,记分幅度从0分到136分。这些患者的初始分数是72.3分(严重程度),经过治疗下降到36.5分(轻度),治疗6个月后显现痊愈趋势。

参与项目的患者曾经接受药物治疗,但仍然存在一些灾难后紧张的典型症状,如不自觉地回到其所遭受的暴力场景。罗莎里·坎巴尼尼说:“这些记忆迫使患者回避环境和他人,从而使之陷入孤立状态,精神压力持续。”

这一方法可以成为不接受“认知—行为疗法”患者的一种选择,“认知—行为疗法”包含有逐渐展示使其遭受伤害的场景,许多人对此感觉过度焦虑,最终不得不放弃治疗。