

文章编号 :1002-1124 (2011) 01-0050-03

超声波法提取刺五加苷 B 的条件研究

高 冷,韩 雪,李 宁

(长春工业大学 化学与生命科学学院,吉林 长春 130012)

摘 要 本文采用超声波法提取刺五加苷 B,使用正交实验的方法对提取条件进行优化,确定最佳提取条件为料液比为 1:20,以水为浸提剂,时间 60min,超声功率 650W,此条件下刺五加苷的提取率为 3.68%。

关键词 刺五加苷 B 超声波法 高效液相色谱 正交实验

中图分类号 R284 D644.3

文献标识码 :A

Study on the extraction process for syringin by technology of ultrasonic

GAO Leng, HAN Xue, LI Ning

(School of Chemistry and Life Science, Changchun University of Technology, Changchun 130012, China)

Abstract: This article used the ultrasonic extraction to syringin, using the method of orthogonal experiment to optimize the extraction conditions. The determination optimum extraction condition for the material fluid ratio was 1:20, water as extraction agent, time of extraction was 60min, ultrasonic power was 650W, under these conditions, the extraction rate of syringin was 3.68%.

Key words: syringin ; ultrasonic ; HPLC ; orthogonal

刺五加 (*Acanthopanax senticosus*)又名五加参,是五加科重要的药用植物之一,主要分布在中国东北部、俄罗斯远东地区及日本北海道等地,具有益气健脾,补肾安神之功效。刺五加中所含的刺五加苷具有 7 种型式,其中刺五加苷 B 相对含量最多^[1],也是刺五加中的主要药效成分之一^[2]。

本文以超声波技术为基础,讨论了料液比,乙醇浓度,提取时间及超声功率对刺五加苷 B 提取率的影响,采用正交实验法确定其最佳的工艺条件,以促进刺五加的进一步开发和应用。

1 实验部分

1.1 色谱条件

色谱柱 :Agilent C₁₈ (5μm, 150mm×4.6mm) 柱温 25℃ ;流动相 :甲醇 - 水 (40:60) ;流速 :1.0mL·min⁻¹ ;进样量 5μL ;检测波长 270nm ;保留时间 :15min。

1.2 标准曲线的绘制^[3]

准确称取刺五加苷 B 标准品 5mg,置于 50mL 容量瓶中,加入甲醇溶解,定容。用移液管分别吸取对照液 0.0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0mL,置于 10mL 容量瓶中,分别加入甲醇定容至刻度,摇匀,按 1.1 色谱条件分别进样,记录色谱图,测定峰面积。以进样量 (X) 为横坐标,峰面积值 (Y) 为纵坐标,绘制标准曲线,计算回归方程 $Y=246794X+2783.7$ ($r^2=0.9997$)。

1.2 样品的制备

取刺五加干燥茎皮,粉碎 (过 60 目),超声提取,离心,浓缩,干燥得粗提取物。选取料液比,乙醇浓度,时间和超声功率作为单因素实验的考察对象,采用 L₉ (3⁴) 正交实验进行优化。

1.3 样品的测定

称取 0.010g 提取物,甲醇溶解,50mL 容量瓶中定容。取 5μL 注入液相色谱仪中,测得峰面积,按回归方程计算刺五加苷 B 的含量,并计算其提取率。

1.4 刺五加苷 B 的液相色谱图

图 1、2 分为刺五加标准品和提取物的液相色谱图。

由图 1、2 可以看出,提取物与标准品的保留时间相同,证明所提物质是刺五加苷 B。

收稿日期 2010-11-09

作者简介 高 冷 (1963-),男,吉林省,副教授,硕士学位,主要从事天然产物研究。

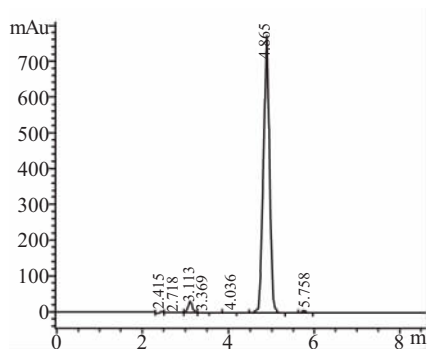


图 1 刺五加苷 B 标准品的 HPLC 图谱

Fig.1 HPLC chromatogram of Syringin standard sample

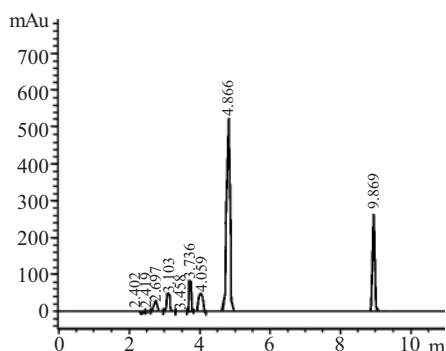


图 2 刺五加提取物的 HPLC 图谱

Fig.2 HPLC chromatogram of extractive of acanthopanax

2 结果与讨论

2.1 单因素对刺五加苷 B 提取率的影响

2.1.1 料液比对刺五加苷 B 提取率的影响 (图 3)

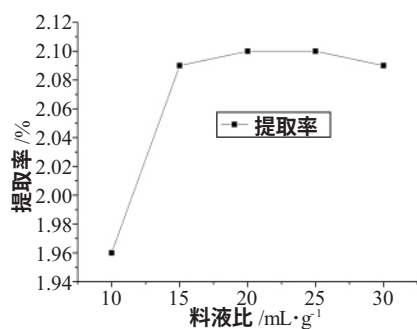


图 3 料液比对提取率的影响

Fig.3 Effect of fluid ratio on extraction rate

由图 3 可见,当料液比超过 1:15 时,提取率的增加趋于平缓,说明刺五加苷已基本溶出,再增加料液比,不但提取率变化不大,还会给后续工作增加困难,所以料液比选择 1:15。

2.1.2 乙醇浓度对刺五加苷 B 提取率的影响 (图 4)

由图 4 可见,随着乙醇体积分数的增加,提取率呈明显的递减趋势,主要是由于超声波在水中的传递性较好,因此,选择水作为提取剂。

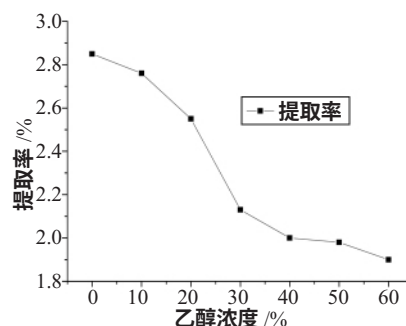


图 4 乙醇浓度对提取率的影响

Fig.4 Effect of ethanol concentration on extraction rate

2.1.3 提取时间对刺五加苷 B 提取率的影响 (图 5)

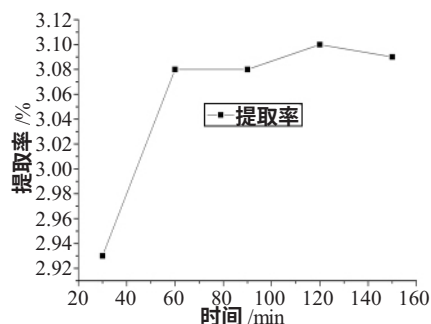


图 5 时间对提取率的影响

Fig.5 Effect of time on extraction rate

由图 5 可见,提取时间增长,提取率呈递增趋势,但在 60min 后,递增的趋势减弱,主要是由于超声时间较短时,刺五加苷不易溶出,但时间过长提取率增加不明显,综合考虑选取 60min 为提取时间。

2.1.4 超声功率对刺五加苷 B 提取率的影响 (图 6)

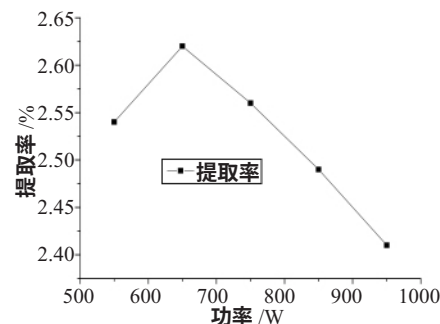


图 6 功率对提取率的影响

Fig.6 Effect of power on extraction rate

由图 6 可见,随着超声功率的增大,提取率明显增加,但当功率大于 750W 时,增加趋势较弱,主要是因为功率太小,细胞破碎不完全,功率太大会破坏刺五加苷 B 的结构,不利于提取,因此选择功率为 750W。

2.2 提取条件的优化

根据单因素实验结论设计正交实验优化^[4]提取条件,采用 $L_9(3^3)$ 的设计方法,分别讨论不同的料液

比,乙醇浓度,提取时间及超声功率对刺五加苷 B 提取率的影响,确定最佳的提取条件。具体方案见表 1。

表 1 正交实验因素水平表

Tab.1 Level table of orthogonal factor

水平	因素			
	A (料液比)	B (乙醇浓度) /%	C (时间) /min	D (功率) /W
1	1 : 10	0	30	650
2	1 : 15	30	60	750
3	1 : 20	60	90	850

表 2 正交实验结果表

Tab.2 Results of orthogonal test

实验号	因素				提取率 /%
	A	B	C	D	
1	1	1	1	1	3.48
2	1	2	2	2	3.45
3	1	3	3	3	3.32
4	2	1	2	3	3.68
5	2	2	3	1	3.65
6	2	3	1	2	2.73
7	3	1	3	2	3.62
8	3	2	1	3	3.56
9	3	3	2	1	3.56
K_1	3.42	3.59	3.26	3.56	
K_2	3.35	3.55	3.54	3.27	
K_3	3.58	3.20	3.53	3.52	
R	0.23	0.39	0.28	0.30	
最优水平	A_3	B_1	C_2	D_1	
主次因素	$B>D>C>A$				

结果表明,实验中影响刺五加苷 B 提取率的主要因素分别为乙醇浓度>超声功率>浸提时间>料液比,最佳工艺条件为 $A_3B_1C_2D_1$ 即料液比为 1 : 20,以水为浸提剂,时间 60min,超声功率 650W,此条件下刺五加苷的提取率为 3.68%。

3 结论

本实验采用超声波法提取刺五加苷 B,在单因素实验的基础上,采用正交实验对提取条件进行优化,得到最佳提取工艺为 料液比为 1 : 20,以水为浸提剂,时间 60min,超声功率 650W,此条件下刺五加苷 B 的提取率为 3.68%。超声波法较其它常规方法具有提取时间短,温度低,提取率高的优点,它加速了提取的进程,可以避免高温对目标产物的破坏,达到更理想的提取效果。

参 考 文 献

- [1] 吴立军,郑健,姜宝虹,等.刺五加茎叶化学成分[J].药学学报,2006,34(4):294-296.
- [2] 李庆勇,付玉杰.超声波法提取刺五加中丁香苷的研究[J].植物研究,2003,(2):182-184.
- [3] 袁晔蓉,李强.刺五加苷的制备及其含量测定[J].辽宁中医杂志,2007,34(6):809-811.
- [4] 伍娟,沈平,沈永嘉.均匀设计优选微波辅助萃取刺五加中有效成分的研究[J].中成药,2003,25(1):11.

(上接第 37 页)

- [19] Loh T P, Yang J Y, Feng L C, et al. Diastereoselective construction of cis 2,6- disubstituted tetrahydropyran rings via In(OTf) 3- catalyzed intramolecular 2,5- oxonium- ene cyclization: synthetic studies towards the total synthesis of zampanolide and dactylolide [J]. Tetrahedron Letters, 2002, 43: 7139- 7169.
- [20] Kotrusz P, Kmentova I, Gotov B, et al. Proline- catalysed asymmetric aldol reaction in the room temperature ionic liquid [bmim] PF₆ [J].

Chemical Communications, 2002, 2510- 2511.

- [21] McCluskey A. Tetraallylstannane and Weinreb amides: a simple 'green' route to N- protected homoallylic alcohols and allyl ketones [J]. 2000, 41 (42): 8147- 8151.
- [22] Baudequin C, Plaquevent J C, Audouard C, et al. Enantioselective electrophilic fluorination in ionic liquids [J]. Green Chemistry, 2002, (4): 584- 586.