

(10) 131-134, 138

葛根中有效成分总异黄酮提取工艺研究<sup>†</sup>李剑君 李稳宏<sup>✓</sup> 高新 李多伟 秦文宁 黄伟 R284.2

(西北大学化学工程学系, 710069, 西安; 第一作者, 女, 24岁, 硕士研究生)

**摘要** 对提取葛根总异黄酮的不同工艺路线进行了探索, 提出了一条优化的工艺路线。实验中以分光光度法为检测手段, 以葛根素为检测指标。

**关键词** 葛根; 总异黄酮; 提取工艺

**分类号** TQ028.96

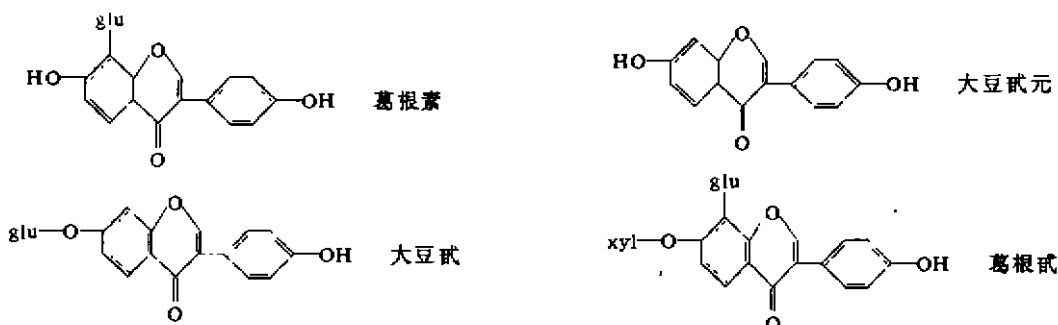
葛根为豆科植物葛(*Pueraria Lobata*(willd)Ohwi)的块根, 始载于《神农本草经》, 列为中品, 原名葛, 历代本草均有记载, 今为中医常用的祛风解表药<sup>[1]</sup>。葛根中含有多种有效成分, 主要为异黄酮。它具有降低心肌耗氧量, 增加冠脉脑血管血流量, 缓解心绞痛, 抗心律失常, 抗氧化, 增强机体免疫力, 生津止渴<sup>[2]</sup>等多种药理作用。

葛根在我国各地分布较广, 陕西秦巴山区的葛根资源也颇为丰富。目前, 对葛根中异黄酮的提取方法以及对其中各有效成分的进一步分离研究尚不完善, 国内文献对此报道甚少, 国外几乎没有。为此, 作者在这方面做了一些探索, 本文重点报道总异黄酮提取工艺的研究。

## 1 提取原理及材料

### 1.1 提取原理

葛根中的有效组分主要有以下几种:



注: glu—glucose 葡萄糖 xyl—xylose 木糖

此外葛根中还含有大量纤维素和淀粉等高糖物质。他们与异黄酮类化合物在水、乙醇等溶剂中的溶解度不同, 因而可以通过溶剂提取的方法, 使总异黄酮溶于溶剂中, 通过固液分离将目的物分出。由于溶液中诸多的微量杂质能与醋酸铅形成沉淀, 而总异黄酮则与碱式醋酸铅形成沉淀, 因而用铅盐沉淀法可除去杂质, 精制总异黄酮。

### 1.2 实验材料

葛根: 陕西略阳产; 乙醇: AR, 95%, 西安化学试剂厂; 醋酸铅: AR, 天津市化学试剂三厂; 碱式醋酸铅: AR, 广州新港化工社; FeS: 三级, 北京红星化工厂; HCl: AR, 陕西兴平化学试剂厂。

## 2 提取方法

### 2.1 溶剂选择

文献报道对于黄酮类物质可以用水及乙醇、甲醇、丙酮等有机溶剂提取<sup>[3]</sup>。从经济、安全等因素考虑,实验中分别对水和乙醇作了对比实验。

称取定量的经干燥粉碎的葛根精粉,放入一带有回流、温度计的三口烧瓶,分别用水或乙醇作溶剂,回流下提取 3 h,用纱布粗滤,滤渣重新加入定量溶剂进行二次提取,再粗滤,如此反复提取 3 次,合并滤液,减压过滤,弃去滤渣,滤液经真空干燥得黄褐色粉末,待分析。

### 2.2 醇提法

由溶剂选择的结果可明显看出,醇提法优于水提法。为此,对醇提法进行了正交实验,实验条件见表 1。

表 1 醇提法正交试验条件因素表  
Tab. 1 Conditions of Alcohol Extraction

水 平	醇浓度 A/%	提取时间 B/h	提取温度 C/°C
1	60	2	70
2	80	4	60
3	95	6	50

### 2.3 铅盐沉淀法

直接利用醇提法正交实验中 1,2,3 号样,将产物用 150 mL 95%乙醇溶解,加入饱和中性醋酸铅溶液至不再有沉淀生成为止,过滤,沉淀用水洗 2 次~3 次,弃去滤渣,滤液与洗液合并。再加入碱式醋酸铅溶液,至不再有沉淀生成,将沉淀物干燥后悬浮于 300 mL 95%乙醇中,通入 H<sub>2</sub>S 脱铅。过滤,沉淀用醇洗 2 次~3 次,合并滤液与洗液,调 pH6.5~7.0,减压浓缩回收乙醇至 50 mL 左右,转移至蒸发皿中,真空干燥,得总异黄酮为浅棕色粉末,计量并待分析。

### 2.4 改进的醇提法

以醇提法正交实验优化出的最佳工艺参数为基础,又设计了如图 1 的改进工艺路线。

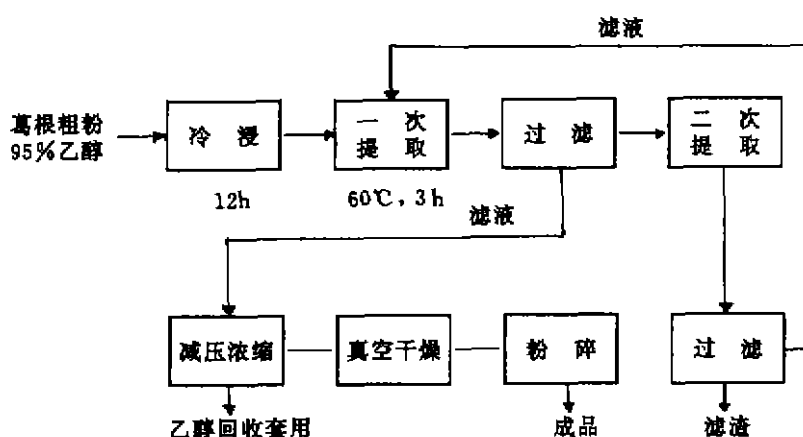


图 1 改进的醇提法原则流程图

Fig. 1 Technological Process of Improve Alcohol Extraction

本流程最大的改进在于将二次浸提的母液用于一次浸提,进行逆流萃取,使得收率有明显提高。实验中也曾进行过三级逆流萃取,但收率增高不多,却增加了一道工序。分析结果表明,总异黄酮含量达 50.12%,重量收率为 19.85%。

### 3 产品分析方法

试验样品采用紫外分光光度法进行定量分析。

#### 3.1 分析仪器及药品

UV-265型日产岛津自动记录分光光度计;葛根素标准品由中国医学科学院药物研究所提供;95%乙醇,AR,西安化学试剂厂。

#### 3.2 标准工作曲线的绘制

准确称取葛根素纯品 10 mg 于 50 mL 容量瓶中,加 95%乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,吸取 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 mL 溶液分别置于 10 mL 容量瓶中,并各加乙醇 1.0 mL,再加蒸馏水稀释到刻度,摇匀,取 1.0 mL 乙醇,加水稀释到 10 mL,作空白对照,在 250 nm 处测吸光度,测得的吸光度值与纯品的含量见表 2。以表中数据作图,得标准工作曲线(见图 2)。

表 2 葛根素标准品的吸光度值

Tab. 2 Absorption Capacity of Standard Puerarin

浓度/ $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$	1	2	3	平均值
0.004	0.228	0.230	0.229	0.229
0.008	0.482	0.479	0.479	0.480
0.012	0.715	0.715	0.711	0.713
0.016	0.978	0.973	0.975	0.975
0.020	1.230	1.227	1.226	1.228

#### 3.3 粉末样品中总异黄酮含量的测定

准确称取粉末 20.0 mg 于 50 mL 容量瓶中,加入 30 mL 95%乙醇,置热水浴中并摇动使其溶解,冷却后加乙醇稀释至刻度,摇匀,放置过夜。吸取清液 1.0 mL 于 25 mL 容量瓶中,加蒸馏水稀释至刻度,摇匀,在 250 nm 波长下测吸光度,然后由标准曲线计算出待测样品中总异黄酮的含量。

$$\text{总异黄酮含量} = \frac{\text{样品浓度}(\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}) \times \text{稀释量}(\text{mL})}{\text{样品量}(\text{mg})}$$

$\times 100\%$

#### 3.4 液体样品中总异黄酮含量的测定

准确吸取 1 mL 已定容好的待分析提取液,置于 50 mL 容量瓶中,加入 95%乙醇定容至刻度,摇匀,放置过夜,吸取 1.0 mL 溶液于 25 mL 容量瓶中,加蒸馏水稀释至刻度,摇匀,在 250 nm 波长下测吸光度,由标准曲线计算出待测样品中总异黄酮的含量。

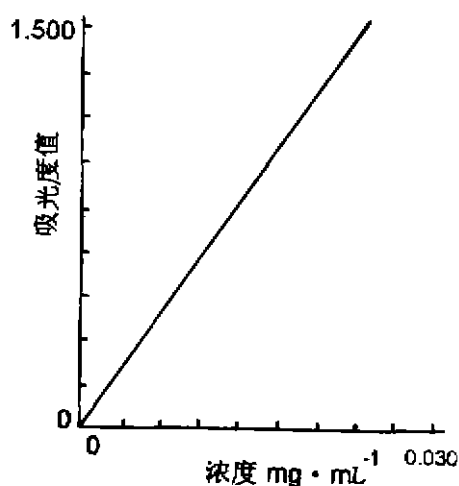


图 2 葛根素标准品吸收度标准曲线图

Fig. 2 Standard Curve of the Absorption Capacity of Standard Puerarin

### 4 结果与讨论

水提法、醇提法及铅盐沉淀等方法的分析结果见表 3。

在溶剂选择的基础上,对醇提法过程的工艺参数选择进行了正交实验,按表 1 的条件共进行了 9 次实验,其实验过程的工艺参数及产品分析结果列于表 4。

表 3 几种提取方法中产品的分析结果

Tab. 3 Yield and Content of Pueraria Flavonoid in Different Extractive Technologies

提取方法	出粉量/g	总异黄酮含量/%	总异黄酮得量/g
水提法	30.136 9	16.7	5.03
醇提法	14.162 5	48.4	6.85
铅盐沉淀法 1 <sup>#</sup>	1.410 2	46.25	0.65
铅盐沉淀法 2 <sup>#</sup>	1.893 7	62.81	1.19
铅盐沉淀法 3 <sup>#</sup>	1.521 3	59.11	0.90

注:每次实验中加入的葛根精粉均为 100 g

表 4 醇提法中正交实验条件及产品分析结果

Tab. 4 Yield and Content of Pueraria Flavonoid in Alcohol Extraction

序号	醇浓度 A/%	浸提时间 B/h	浸提温度 C/°C	出粉量 R/g	总异黄酮含量 R'/%	总异黄酮得量/g	
①	1(60)	1(2)	1(70)	20.756 7	27.5	5.71	
②	2(80)	2(4)	1	19.317 7	36.5	7.05	
③	3(95)	3(6)	1	15.102 3	48.5	7.32	
④	2	1	2(60)	16.005 0	35.0	5.60	
⑤	3	2	2	14.338 5	48.8	7.00	
⑥	1	3	2	26.753 1	25.7	6.88	
⑦	3	1	3(50)	8.319 6	50.5	4.20	
⑧	1	2	3	23.172 3	24.4	5.65	
⑨	2	3	3	20.939 7	37.8	7.92	
I	70.682 1	45.081 3	55.176 7	I'	77.6	112	112.5
II	56.262 4	56.828 5	57.096 6	II'	109.3	109.7	109.5
III	37.760 4	62.795 1	52.431 6	III'	147.8	113	112.7
R	32.921 7	17.713 8	4.665	R'	70.2	3.3	3.2

注:每次实验中加入的葛根精粉均为 100 g

4.1 由表 3 可见,水提法出粉率最高,但总异黄酮含量仅为 16.70%,且操作中固液分离很难进行,费时耗力。分析认为其原因可能是由于生药中的淀粉、纤维素及一些糖类在水中有一定的溶解度,造成溶液粘稠,分离困难。故对于提取较高纯度的总异黄酮而言,此法不可取。

铅盐沉淀法得到的成品中总异黄酮含量最高,可达 62.81%,但其出粉率极低。这是因为铅盐在沉淀过程中,将一些有效成分包络在一起沉淀下来,使有效成分损失很大。故此法不适宜于工业化生产,但要得到较高纯度的葛根总异黄酮,此法仍有一定的价值。

在醇提法中其总异黄酮的含量接近于铅盐沉淀法,且出粉率比铅盐沉淀法高出近 10 倍,固液分离也比水提法容易得多,故此法具有工业化放大的价值。

4.2 由表 4 可见,对出粉率而言,极差 R 表明,影响因素顺序为  $A > B > C$ 。即乙醇的浓度对提取过程影响最大,浸提时间次之,温度的影响最小。最佳工艺条件为  $A_1B_3C_2$ 。即乙醇的浓度为 60%,浸提温度 60°C,时间 6 h。对总异黄酮含量来说,  $R'$  值表明影响因素排序亦为  $A > B > C$ ,与前不同的是温度(C)和时间(B)的影响无明显差异,最佳工艺条件为  $A_3B_3C_3$ 。

(下转第 138 页)

## 参 考 文 献

- 1 李作政主编. 乙烯生产与管理. 北京: 中国石油化工出版社, 1992
- 2 王松汉编著. 乙烯装置技术. 北京: 中国石油化工出版社, 1994
- 3 陈 滨, 陆盖珠, 陶志华等. 石油化工手册(原料资源篇). 北京: 化学工业出版社, 1987
- 4 卢成敏, 俞翊棠. 浅谈我国裂解制乙烯的原料. 石油炼制与化工, 1996, 27(5): 1~9
- 5 Lewis F H, Matar S. From hydrocarbons to petrochemicals. Hydrocarbon Processing, 1977, 56(6): 189~194
- 6 Shu W R, Ross L L, Pang K H, et al. Naphtha pyrolysis model proves out over wide range of feedstocks. Oil and Gas J., 1977, 77(36): 70~76
- 7 Daubert T E. State of the art; property predictions. Hydrocarbon Processing, 1980, 59(3): 107~110

责任编辑 时亚丽

## The Calculation of Propylene Yield by the Thermal Cracking of Distillate Oil

Hao Hong Xiong Guohua Chen Qishi Tang Zhongli

(Department of Chemical Engineering, Northwest University, 710069, Xi'an)

**Abstract** Applying the principle of the thermal cracking and the method of mathematical statistics, a new equation is obtained to predict propylene yield by the thermal cracking of distillate oil in pipe furnace. The result of statistical analysis points out that the equation has high calculation precision.

**Key words** thermal cracking; propylene; relative density; yield

(上接第 134 页)

综合产品质量、原料能耗以及出粉率等因素, 确定醇提法的最佳提取条件为  $A_1B_3C_2$ , 即 60% 醇浓度, 60℃ 下提取 6 h。

4.3 从正交实验优化出的最佳工艺参数出发, 按图 1 的流程操作, 共做了 3 次平行实验, 其结果总异黄酮的含量平均高达 50.12%, 出粉率为 19.85%, 这充分说明了此流程的独到之处。该流程的特点主要为: 其一, 增加了浸渍工序, 防止了过多的淀粉、多糖带入后工序, 提高了产品质量; 其二, 采用二级逆流萃取方式, 这样既可充分回收二次萃取液中的有效成分, 又可减少溶剂蒸馏回收的热负荷。

## 参 考 文 献

- 1 石昌顺. 中药葛根的研究进展. 中草药, 1994, 25(9): 497~450
- 2 郭建平, 孙其荣, 周 全. 葛根药理作用研究进展. 中草药, 1995, 26(3): 163~165
- 3 北京医学院, 北京中医学院主编. 中草药成分化学. 北京: 人民卫生出版社, 1981

责任编辑 时亚丽

## A Study on the Extractive Technology of Effective Composition-Pueraria Flavonid from *Pueraria Lobota* Ohwi

Li Jianjun Li Wenhong Gao Xin Li Duowei Qin Wenning Huang Wei

(Department of Chemical Engineering, Northwest University, 710069, Xi'an)

**Abstract** The different extractive technologies of pueraria flavonid are studied and a satisfying method of extractive technology of pueraria flavonid is reported. Spectrophotometric method is the dective mothod, pueraria is index target, the content of pueraria flavonid in extracts is determined.

**Key words** *pueraria lobota* ohwi; pueraria flavonid; extractive technology