

NaOH 水溶液提取穿心莲内酯工艺研究

梁月丽, 陈东景 (郑州牧业工程高等专科学校, 河南郑州 450011)

摘要 [目的] 探索低成本高含量的穿心莲内酯的提取工艺。[方法] 以穿心莲茎叶为材料, 粉碎后在不同 pH 值的 NaOH 溶液中, 利用超声波法提取穿心莲内酯。测定了提取的浸膏中穿心莲内酯的含量和回收率。[结果] NaOH 溶液的 pH 值为 7.5 时, 穿心莲内酯浸膏的得率最低, 为 3.57%, 浸膏中穿心莲内酯的含量最高, 为 9.500 0%。当 NaOH 溶液的 pH 值为 9.5 时, 穿心莲内酯浸膏的得率最高, 为 6.71%, 浸膏中穿心莲内酯的含量最低, 为 0.019 0%。该检测方法的平均回收率为 99.9%。[结论] pH 值为 7.5 的 NaOH 溶液中, 超声波法提取的穿心莲内酯总量最多; 在 pH 值为 9.5 的 NaOH 溶液中提取的穿心莲内酯总量最少。

关键词 NaOH 水溶液; 穿心莲内酯; 提取工艺

中图分类号 S567.23+9 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2009)09-04112-01

Study on Extraction Process for Andrographide with NaOH Solution

LIANG Yue-li et al (Zhengzhou College of Animal Husbandry, Zhengzhou, Henan 450011)

Abstract [Objective] The aim was to explore the extraction process for andrographide with low cost and high content. [Method] With the stem and leaf of *Andrographis paniculata* as the material, after crushed the andrographide from them was extracted with ultrasonic method in sodium hydroxide solution at different pH value. The andrographide content in extract and its recovery were determined. [Result] When pH value of sodium hydroxide solution was 7.5, the yield rate of andrographide extract was the lowest (3.57%) and the andrographide content in extract was the highest (9.500 0%). When pH value of sodium hydroxide solution was 9.5, the yield rate of andrographide extract was the highest (6.71%) and the andrographide content in extract was the lowest (0.019 0%). The average recovery of andrographide by this method was 99.9%. [Conclusion] In sodium hydroxide solution with pH value of 7.5, the total amount of andrographide extracted by ultrasonic method was the most and that in sodium hydroxide solution with pH value of 9.5 was the least.

Key words Sodium hydroxide solution; Andrographide; Extraction process

穿心莲为爵床科穿心莲属植物 [*Andrographis paniculata* (Burmf.) Nees], 叶或全草可入药。穿心莲具有清热解毒、凉血、抗菌消炎、提高动物免疫力等功能, 还可抑制动物小肠的推进运动及小肠平滑肌的收缩活动。穿心莲含有多种苦味素, 其有效成分主要为二萜内酯类化合物, 其中以穿心莲内酯和脱水穿心莲内酯为主。这两者是抗炎的主要成分, 在碱性条件下其酯环可以打开, 当调节 pH 值至中性时酯环又可闭合形成为原来的内酯。穿心莲内酯的提取方法主要有有机溶剂法, 超临界 CO₂ 流体萃取法等, 但这些方法的提取成本较高。基于此, 笔者采用 NaOH 水溶液提取穿心莲内酯进行研究。

1 材料与方 法

1.1 材 料

1.1.1 试验材料。穿心莲茎叶购自郑州市药材批发市场。以干燥的穿心莲茎叶为原料, 除去杂质, 粉碎、过筛、混匀。

1.1.2 仪器与试剂。仪器: 分光光度计 WFZUV-2000, 电子天平 BS124S, 电热鼓风箱, 酸度计 PHS-3C, 旋转蒸发仪 RE-52, 植物粉碎机, 40 目筛子, 抽滤装置, 循环水真空泵 SHB-III, 电动离心机 KA-1000, 超声波处理仪。试剂: 95% 乙醇(分析纯), NaOH, HCl, KOH(分析纯), 穿心内酯标准品, 3,5-二硝基苯甲酸(分析纯)。

1.2 方 法

1.2.1 超声波震荡法提取穿心莲内酯。工艺流程: 穿心莲药材粉碎、过 20 目筛 称取 100 g 加 8 倍体积的碱水 冷浸 3 h 超声波处理 15 min 抽滤 用盐酸将滤液的 pH 值调至中性 旋转蒸发浓缩 105 干燥 称重。

1.2.2 穿心莲内酯含量的测定。穿心莲内酯为不吸收可见光的无色物质, 与 3,5-二硝基苯甲酸的碱性试剂可发生显色

反应, 反应液呈紫红色, 故可用光电比色法测定穿心莲内酯含量。为提高测定的灵敏度和选择性, 需准确控制显色时间和显色剂用量。

1.2.2.1 穿心莲内酯标准液的配制。准确称取 105 干燥至恒重的标准品 20 mg, 置于 100 ml 容量瓶中, 加适量 95% 乙醇于水浴锅中(60~70) 微热使其溶解, 冷却, 加乙醇定容至刻度, 摇匀, 得 0.2 mg/ml 标准液。

1.2.2.2 穿心莲内酯标准曲线的绘制。精密量取穿心莲内酯标准液 0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 ml, 分别置于 10 ml 容量瓶中, 各加 1% 3,5-二硝基苯甲酸试液 2 ml、0.2 ml/L KOH 试液 2 ml, 摇匀, 室温(20~25) 放置 15 s, 用 60% 乙醇稀释至刻度, 摇匀。配制成 0、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5 mg/ml 穿心莲内酯标准液。在 540 nm 波长处比色, 测得各管穿心莲内酯标准液的吸光度, 分别为 0、0.056、0.098、0.150、0.18、0.214 穿心莲内酯含量与吸光度的回归方程为 $Y = 2.3173x - 0.196$, $r = 0.9892$, 式中 Y 为标准品含量 (ng), x 为吸光度。

1.2.2.3 提取浸膏中穿心莲内酯含量的测定。将样品研碎混匀, 精确称取 2 g, 用 75% 乙醇溶解, 加入 0.5 g 活性炭脱色, 2500 r/min 离心, 沉淀用少量 75% 乙醇洗涤离心 3 次, 合并上清液于 100 ml 容量瓶中, 加乙醇定容。精确吸取定容后的溶液 5 ml 置 100 ml 容量瓶中, 加乙醇稀释至刻度, 得样品溶液。

吸取样品液 1 ml, 置于 10 ml 容量瓶中, 加 75% 乙醇 2 ml, 1% 3,5-二硝基苯甲酸试液 2 ml, 0.2 ml/L KOH 试液 2 ml, 摇匀, 15 min 后用 75% 乙醇定容至刻度, 摇匀, 得待测液, 用分光光度计在 540 nm 处测定其吸光度, 将吸光度值代入标准曲线回归方程求待测液中穿心莲内酯的含量。

1.2.3 穿心莲内酯回收率的测定。精确量取穿心莲内酯标准液 0.5、1.0、1.5 ml 于 10 ml 容量瓶中, 加入样品液 2 ml, 按 1.2.2.3 方法制备样品溶液, 测定样品液中的内酯含量, 计

作者简介 梁月丽(1964-), 女, 河南濮阳人, 高级实验师, 从事生物工程与生物医学技术研究。

收稿日期 2008-12-22

(下转第 4120 页)

(3) 不同月份采集的葎草不同部位总多酚的含量之间有一定差异,但都具有较好抑制 $O_2^{\cdot -}$ 和清除 $\cdot OH$ 能力。综合葎草水提液对结核杆菌有显著抑制作用,对大肠杆菌、金黄色葡萄球菌等也有抑制作用^[16-17],以及全草具有的清热解毒,利尿消肿等功效和主治肺结核潮热、胃肠炎、痢疾、感冒发热、小便不利、肾盂肾炎、急性肾炎、膀胱炎、泌尿系统结石,外用治湿疹、毒蛇咬伤、跌打损伤等症的药用价值^[18],因此,葎草具有极其广阔的开发前景。

参考文献

- [1] 候宽昭. 中国种子植物科属词典 M. 北京: 科学出版社,1984 :238.
- [2] 葛传玉. 速生蔓性地被植物——葎草 J. 中国花卉盆景,2003(8) :5.
- [3] 雷桂兰, 吴中华, 刘世旺. 苦荆茶中多酚类物质的含量测定 J. 长江大学学报,2005,2(1) :37-39.
- [4] 陈留勇, 孟宪军, 贾薇, 等. 黄桃水溶性多糖的抗肿瘤作用及清除自由基提高免疫活性研究 J. 食品科学,2004,25(2) :167-170.
- [5] NICHOLAS SMIRONFF, QUINTON J CUMBES. Hydroxyl radical scavenging activity of compatible solutes [J]. Phytochemistry,1989,28(4) :1057-1060.
- [6] 马晓华, 连宾. 几种常见食用菌清除羟基自由基能力的研究 J. 食品与发酵工业,2005,31(10) :25-29.

(上接第4112页)

算其加样回收率。

2 结果与分析

2.1 不同 pH 值条件下穿心莲内酯提取效果 由表1可知,pH 值为9.5 的碱性水溶液提取的浸膏得率和提取物质量最高,随 pH 值降低浸膏得率和提取物质量逐渐减小。

表1 不同 pH 值条件下提取浸膏的质量及得率

Table 1 The extract quality and yield under different pH value conditions

pH 值	原料 g	提取物质量 g	干浸膏得率 %
pH value	Raw materials	Extract quality	Dry extract yield
9.5	100	6.71	6.71
9.0	100	5.74	5.74
8.5	100	4.57	4.57
8.0	100	3.80	3.80
7.5	100	3.57	3.57

2.2 不同 pH 值条件下提取浸膏中穿心莲内酯的含量 由表2可知,pH 值为7.5 的碱性水溶液提取的浸膏内酯总量和穿心莲内酯含量最高。随 pH 值升高,浸膏中内酯总量及穿心莲内酯含量逐渐降低。

2.3 穿心莲内酯的加样回收率 3 次平行试验测得穿心莲内酯的加样回收率分别为100.2%、99.8%和99.9%,平均回收率99.9%。

3 结论与讨论

该试验采用碱性水溶液超声波提取法提取穿心莲茎叶

- [7] 刘刚, 王辉, 张先洲, 等. 青藤碱清除氧自由基和抗脂质过氧化作用 [J]. 中草药,2006,37(1) :85-89.
- [8] 王巨存, 邢国胜, 胡文铎, 等. 有机锗 Ge-132 对氧自由基和由羟自由基诱导的脂质过氧化的影响 [J]. 中国药学杂志,1994,29(1) :23-25.
- [9] 郭丽萍, 卢家炯, 仇宏伟. 香蕉皮多酚清除自由基作用的初步研究 [J]. 食品科技,2007(6) :131-134.
- [10] 陈欣欣, 许时婴. 黑莓渣提取物中多酚类化合物抗氧化活性的研究 [J]. 食品工业,2007(3) :3-6.
- [11] 张赞彬, 龚钢明, 戴妙妙. 甘薯多酚粗提液的抗氧化活性研究 [J]. 中国粮油学报,2007,22(5) :76-80.
- [12] 顾宇翔, 范立强, 袁勤生. 虫草及其发酵制品抗氧化能力研究 [J]. 中国中药杂志,2007,32(11) :1028-1031.
- [13] 赵先英, 张涛. 天然药物中抗氧化剂的研究进展 [J]. 中国医院药学杂志,2006,26(4) :466-467.
- [14] 金莹, 孙爱东, 胡晓丹. 苹果多酚的超声波提取及抗氧化作用研究 [J]. 北京林业大学学报,2007,29(5) :137-141.
- [15] 张加平, 孙长霞, 李俊情, 等. 植物多酚的研究现状及发展前景 [J]. 林业科学,2005,41(6) :157-162.
- [16] 高振华, 何瑞国, 李英, 等. 葎草饲喂獭兔效果研究 [J]. 草业科学,2005,22(3) :72-74.
- [17] 尹海波, 王颖, 郑太坤, 等. 中国葎草属植物的研究进展 [J]. 辽宁中医学院学报,2001,3(1) :60-61.
- [18] 李俊婕, 王晓静. 葎草的研究进展 [J]. 齐鲁药事,2007,26(16) :353-355.

中的穿心莲内酯,结果表明,pH 值为7.5 的碱性水溶液提取的浸膏中内酯总量最高,所用 NaOH 和浓盐酸量最少。pH 值为9.5 的碱性水溶液提取的浸膏得率最高,但有效成分含量最低。随提取液 pH 值降低,提取物得率降低、有效成分含量增加,这一规律与其他研究结果基本吻合。

表2 不同 pH 值条件下提取浸膏中穿心莲内酯含量

Table 2 The andrographide content in *A. paniculata* extracts under different pH value conditions

pH 值	取样量 ng	吸光度	提取物内酯含量 ng/ml	提取物穿心莲内酯含量 %
pH value	Sampling amount	Absorbency	Lactone content in extracts	Andrographide content in extracts
9.5	2	0.027	0.038 1	0.019 0
9.0	2	0.058	0.104 3	0.521 5
8.5	2	0.068	0.125 7	0.628 5
8.0	2	0.545	1.145 1	6.900 0
7.5	2	0.899	1.901 6	9.500 0

参考文献

- [1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典:一部 S. 北京: 化学工业出版社,2005.
- [2] 葛发欢, 辉国钧, 李菁, 等. 中药现代化与超临界流体萃取的应用 [J]. 天然产物研究与开发,2000,12(3) :88-93.
- [3] 节海荣, 鲁静. 穿心莲及消炎利胆片中内酯类成分的含量测定 [J]. 中成药,1999,21(1) :11-13.
- [4] 肖树雄, 王晓钰, 郑剑红. 穿心莲的成分及其分析方法研究概况 [J]. 中国药师,2002,5(11) :693-694.