

不同澄清方法对黄芪提取液理化性质的影响

郑玉忠, 陈庆彪, 周霖, 陈旭升, 张振霞*
(韩山师范学院生物学系, 广东潮州 521041)

摘要:为了获得对黄芪提取液具有最佳澄清效果的方法。本实验通过测定浊度、酸碱度、电导率、抗氧化性等参数, 评估和比较了稀释过滤法、 AlCl_3 和PVP-K30等三种方法的澄清效果。结果表明三种处理方法均有澄清效果, 但对黄芪提取液的理化性质有一定影响; 其中稀释法对黄芪提取液的浊度影响不大, 但与黄芪提取液的酸碱度、电导率、抗氧化性呈现线性关系; 而添加 AlCl_3 或PVP-K30等两种方式则会在不同程度上影响黄芪提取液的理化性质。稀释过滤法对黄芪提取液理化性质的影响较小, 适合用于中药提取液的制备。

关键词: 中药, 黄芪, 澄清, 理化性质

Effects of clarification methods to physicochemical properties of *Astragalus* extract

ZHENG Yu-zhong, CHEN Qing-biao, ZHOU Lin, CHEN Xun-sheng, ZHANG Zhen-xia*

(Department of Biology, Hanshan Normal University, Chaozhou 521041, China)

Abstract: In order to find the best way to clarify the extract of *Astragalus membranaceus*. The paper had evaluated the efficiencies of three methods, including dilution, addition of AlCl_3 and PVP-K30, by comparing the turbidity, pH value, conductivity, antioxidant properties of the extract. The results showed that three methods could partly clarify the *Astragalus* extract, however the physicochemical properties of extract would be affected to a certain extent. The dilution could affect the pH, conductivity and antioxidant of *Astragalus* extract in a dose-dependent manner, but not to the turbidity. While the addition of AlCl_3 or PVP-K30 could in varying degrees affect the physicochemical properties of *Astragalus* extract. Dilution had little effect on the physicochemical properties of *Astragalus* extract, therefore, it was suitable for the production technology of traditional Chinese medicine cosmetics.

Key words: medicine; *Astragalus membranaceus*; clarification; physicochemical properties

中图分类号: TS201.2 文献标识码: A 文章编号: 1002-0306(2015)22-0129-04

doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2015.22.018

中药黄芪为豆科草本植物黄芪 [*Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bunge.] 的根, 是具有补气功效的重要中药^[1], 黄芪提取液常常被添加在中药冲剂、保健品、化妆品等中。但在实际应用中, 中药提取液往往会出现浑浊、沉淀、颗粒杂质等现象, 黄芪提取液也不例外, 这对产品的开发和应用带来了诸多不利。

由于中药提取液含有一些高分子杂质, 如: 淀粉、鞣质、色素等, 它们在一定条件下会聚集而产生沉淀, 从而影响提取液的澄清程度^[2]。因此, 除去提取液中的杂质是使提取液澄清的关键。一般的除杂工艺都较为复杂繁琐, 或者需要昂贵的大型仪器^[3-5]。目

前在中药提取中广泛使用水提醇沉精制法, 它可以有效地除去提取液中蛋白质、糊化淀粉、粘液质、油脂、脂溶性色素、树脂、树胶、部分糖类杂质, 但在实践中也有不少缺陷, 如造成甙元、香豆素、内酯、寡多糖、微量元素等的损失, 影响中药的疗效, 醇沉后药液的浓缩困难, 耗醇量大, 成本高等^[6]。本研究希望探索一些便捷高效的方法, 用于生产对于澄清程度要求不高的原料成分^[7-9]。因此, 以黄芪提取液为对象, 选择稀释过滤法、 AlCl_3 和PVP-K30等三种处理方法, 通过对浊度、酸碱度、离子丰度、抗氧化性等参数的测评, 寻找和优化一种不影响提取液品质且具有良好澄清效果的方法。

收稿日期: 2015-01-08

作者简介: 郑玉忠(1977-), 博士, 副研究员, 研究方向: 中药学, E-mail: zhengyuzhong@gmail.com。

* 通讯作者: 张振霞(1975-), 博士, 副教授, 研究方向: 植物生物技术, E-mail: zhangzhenxia2006@gmail.com。

基金项目: 国家自然科学基金项目(81202907); 广东普通高校工程技术开发中心项目(GCZX-A1415); 广东顺大食品调料有限公司(韩合[2012]170号)。

1 材料与方 法

1.1 材料与仪器

黄芪 购买于普宁药材市场,经国家中药现代化工程技术研究中心的曹晖研究员鉴定为合格药材;乙醇、甲醛和氯化铝 广州化学试剂厂;1,1-二苯基-2-三硝基苯肼(DPPH) 德国Merck公司;聚乙烯吡咯烷酮-K30(PVP-K30) 美国Genview公司;以上试剂 均为分析纯。

UV-2800型紫外可见分光光度计 尤尼柯(上海)仪器有限公司;PHS-3D型酸度计 上海精密科学仪器有限公司;DDS-320型电导仪 上海大普仪器有限公司;BS124S型电子天平 北京赛多利斯仪器公司。

1.2 实验方法

1.2.1 黄芪提取液的制备 根据前期实验所得方法提取。精密称取30 g黄芪置于圆底烧瓶,加入250 mL蒸馏水和200 mL 95%乙醇,加热回流提取2 h。冷却后过滤去除药渣,利用旋转蒸发器浓缩提取液,回收乙醇,将提取液最终定容至200 mL。将浓缩原液进行梯度稀释,稀释倍数为2、4、6、8、10倍,即稀释浓度分别为原液的1/2、1/4、1/6、1/8和1/10。

1.2.2 稀释对黄芪提取液光吸收的影响 将黄芪原液、2、4、6、8、10倍稀释液等六组4℃静置过夜,然后用滤纸过滤,以蒸馏水为空白对照在200~1000 nm波长内测定光吸收值^[5-6]。

将黄芪原液、2、4、6、8、10倍稀释液等六组4℃静置过夜,用滤纸过滤后再分别被稀释至同一倍数(32倍)时,以蒸馏水为空白对照在200~1000 nm波长内测定光吸收值。

1.2.3 AlCl₃和PVP-K30的不同添加量对黄芪提取液澄清效果的影响 分别取50 mL过滤后的黄芪原液中,按照1/100、1/1000、5/1000、1/10000和5/10000的比例添加10% AlCl₃,摇晃后静置。以蒸馏水为空白对照比较各组的光吸收能力。

分别取50 mL过滤后的黄芪原液中,按照0.5%、1.0%、1.5%、2.0%、2.5%和3.0%的比例添加PVP-K30,摇晃后静置。以蒸馏水为空白对照在200~1000 nm波长内比较各组的光吸收能力。

1.2.4 不同澄清方式对黄芪提取液澄清度的影响 根据1.2.3的分析结果,选择AlCl₃和PVP-K30的最佳添加量,制备出AlCl₃澄清黄芪提取液、PVP-K30澄清黄芪提取液,配合黄芪原液,以蒸馏水为空白对照在200~1000 nm波长内比较上述三组的光吸收能力。

1.2.5 不同处理方式对黄芪提取液电导率和pH的影响 将黄芪原液、2、4、6、8、10倍稀释液及选定的最佳AlCl₃和PVP-K30添加量处理液等八组4℃静置过夜,然后用滤纸过滤;用电导仪依次测定各组的电导率值;用pH计依次测定各组的pH。

1.2.6 不同处理方式对黄芪提取物抗氧化性的影响

取黄芪原液、2、4、6、8、10倍稀释液、选定的最佳AlCl₃与PVP-K30添加量处理液分别与100 μmol/L DPPH溶液各2 mL,混匀后放置30 min,于522 nm处测定吸光度,记为A_i;取黄芪原液和50%乙醇各2 mL,静置5 min,于522 nm处测定吸光度,记为A_c;取DPPH

溶液和50%乙醇各2 mL,混匀后静置5 min,于522 nm处测定吸光度,记为A_c。每个样品平行测定3次,取其均值。按下式计算各待测样品对DPPH自由基的清除率^[9-10]。

$$\text{清除率}(\%) = [1 - (A_i - A_p) / A_c] \times 100$$

1.2.7 数据处理 上述实验过程中的各项测定包括吸光度、电导率和pH,每个样品测定重复三次,分别平行取样,结果以平均值计算。全部实验数据用Microsoft Excel 数据处理系统进行处理。

2 结果和分 析

2.1 过滤后不同稀释倍数间光吸收对比

对过滤后不同稀释倍数的黄芪提取液进行了200~1000 nm的光吸收扫描分析,图1结果显示:六组(包括原液、2、4、6、8、10倍稀释液)在300 nm处均有高的吸收峰,说明提取液中的一些沉淀可能在稀释过程中重新溶解,使得某些物质的浓度不至于过度降低从而影响了其在300 nm处对光的吸收,或者是提取液在此波段的光吸收值远远大于量程。在200~300 nm即处于短波紫外线范围,各组均无较高吸收峰,且差别不大,说明黄芪提取液对短波紫外线吸收能力极弱。在350~1000 nm波段内,不同处理的提取液对同一波长光的吸收程度有较大的差别,说明稀释会影响到提取液中的某些物质的浓度,从而使其对应的波长的光吸收降低。

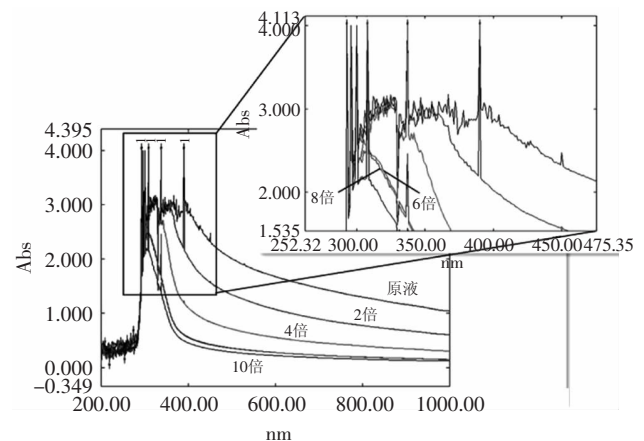


图1 过滤后稀释倍数对光吸收的影响

Fig.1 The effect of dilution factor on optical absorption of *Astragalus* extract

2.2 过滤后稀释至同一倍数的光吸收比较

对过滤后的黄芪原液稀释10、8、6、4、2倍后,再分别被稀释至同一倍数32倍时,检测其光吸收图发生变化(图2)。可以看出,不同稀释倍数的提取液被稀释至同一倍数时,在300 nm处均有一个高的吸收峰,其吸收峰的大小顺序为:10倍>8倍>6倍>4倍>2倍>原液,其原因可能是提取液中存在一些颗粒较大的可溶性固形物,若原液直接过滤后再稀释则可以去除这些可溶性固形物,从而使光吸收峰下降;而先稀释再过滤再稀释的方式可能使这些大颗粒的可溶性固形物溶解成较小的颗粒物,且能通过滤纸,从而使10倍稀释液吸收峰远高于原液。

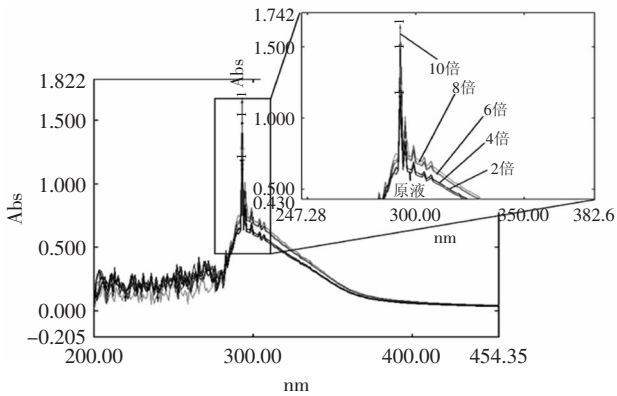


图2 过滤后稀释至同一倍数的光吸收对比图
Fig.2 Optical absorption of the same multiple of *Astragalus* extract

2.3 最佳AlCl₃添加量的确定

利用AlCl₃对黄芪提取液进行澄清处理,设置1/100、5/1000、1/1000、5/10000和1/100000的五个梯度。从图3结果可以看出,5/10000和1/10000的AlCl₃添加量的光吸收曲线与其他的添加量的曲线相比,其吸收值较小,1/10000的AlCl₃添加量的光吸收曲线与其他的添加量的曲线相比,其吸收值较小,即澄清效果最好;但是以添加物的角度来说,AlCl₃应该添加的越少越好,所以最佳的AlCl₃添加量是1/10000。

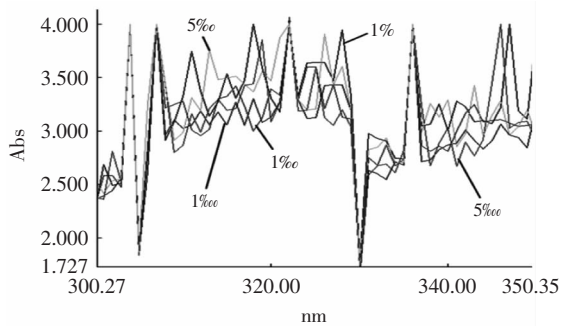


图3 AlCl₃添加量对光吸收的影响
Fig.3 The effect of AlCl₃ on optical absorption of *Astragalus* extract

2.4 最佳PVP-K30添加量的确定

采用PVP-K30对黄芪提取液进行澄清处理,设

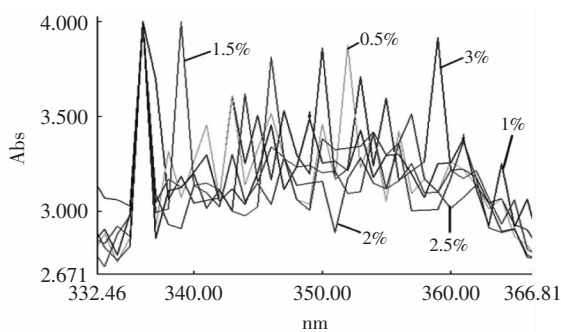


图4 PVP-K30添加量对光吸收的影响
Fig.4 The effect of PVP-K30 on optical absorption of *Astragalus* extract

置0.5%、1.0%、1.5%、2.0%、2.5%和3.0%的六个梯度。从不同添加量的PVP-K30的光吸收图4可以看出,2% PVP-K30添加量的光吸收曲线与其他的添加量的曲线相比,其吸收值较小,即澄清程度较高;同时2%的添加量不会过多影响提取物的质量,所以最佳的PVP-K30添加量是2%。

2.5 不同澄清方式对黄芪提取液澄清度的影响

把一系列添加AlCl₃、PVP-K30的提取液做光吸收扫描后,根据其吸收峰的高低情况选择最佳的AlCl₃添加量为1/10000,PVP-K30添加量为2%,将这两个添加量的提取液过滤后与原液过滤后的光吸收进行比较,图5可以看出吸收峰的大小顺序为:原液>PVP-K30>AlCl₃。说明澄清剂的添加会影响提取液对各波长的吸收,且AlCl₃的影响大于PVP-K30的影响。

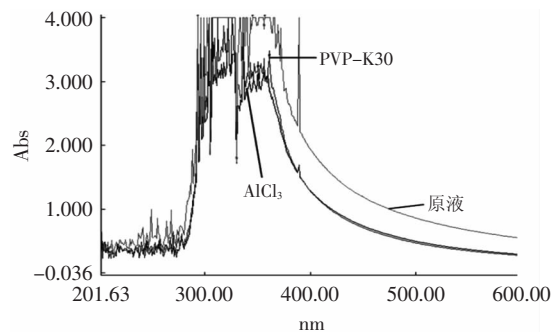


图5 不同澄清方式处理后的光吸收对比图
Fig.5 The comparison of optical absorption between different clarify methods

2.6 不同处理方式对黄芪提取液电导率的影响

将经过不同处理并过滤的黄芪提取液测量其电导率,由图6可见,黄芪提取液的电导率随着稀释倍数的增加而逐渐降低,从2603 μs/cm降到424 μs/cm,说明提取液中的可溶性物质较少;经过AlCl₃和PVP-K30澄清处理的提取液电导率值则比未处理前高,分别是3006 μs/cm和2686 μs/cm,因为电导率值代表着溶液中所含离子的数量多少,AlCl₃和PVP-K30的添加导致额外的离子被添加到了溶液中,所以电导率不能作为AlCl₃和PVP-K30的评价指标。但在稀释过滤法中,电导率的变化符合澄清效果。

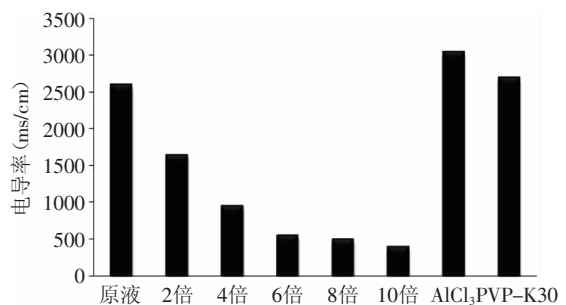


图6 不同澄清方式对电导率的影响
Fig.6 The effect of different clarify method on conductivity of *Astragalus* extract

2.7 不同处理方式对黄芪提取液pH的影响

将经过不同处理并过滤的黄芪提取液测量其pH,由图7可见,通过稀释过滤处理的各提取液的pH变幅不大,均在5.55~5.65范围内,说明提取液的pH的稀释稳定性较高,因为中药提取液的澄清程度受pH的影响显著^[5-6],而黄芪提取液的酸碱性不会过酸或者过碱,有利于较大程度地保存其有效成分。经过澄清剂处理的提取液pH较高,pH增加到5.8左右,这可能是澄清剂的添加在一定程度上影响提取液的离子构成,进而影响提取液的pH。

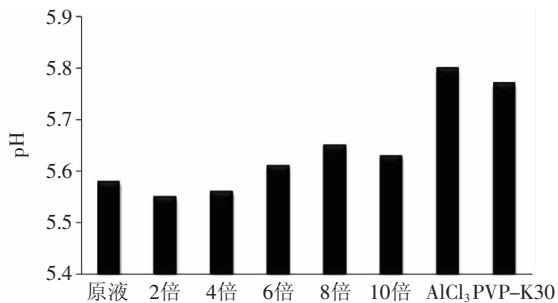


图7 The effect of different clarify method on pH value of *Astragalus* extract

2.8 不同处理方式对黄芪提取物抗氧化性的影响

由图8可见,黄芪提取液中活性成分DPPH自由基清除率在经过2、4、6、8和10倍的稀释过滤后会逐渐的下降,说明提取液中的抗氧化活性物质的含量也随之稀释减少,从89.33%降到54.30%,可见提取液的抗氧化性降低;而经过AlCl₃处理的提取液的DPPH自由基清除率为72.33%,要低于原液,接近4倍提取液,这说明AlCl₃澄清剂的存在会影响提取液中的抗

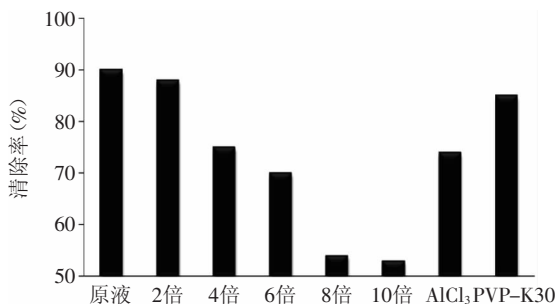


图8 The effect of different clarify method on oxidation resistance of *Astragalus* extract

氧化物质的活性,可能与之发生化学作用,使抗氧化物质功效降低^[11];相比之下,PVP-K30处理后黄芪活性成分DPPH自由基清除率为85.65%,和提取液未稀释前较为接近,可见PVP-K30的存在对黄芪活性成分的影响没有AlCl₃的明显。

3 结论

本研究可知,通过稀释过滤法处理的提取液对于光吸收的影响不大,而对pH、电导率、抗氧化性则有一定影响,而添加AlCl₃、PVP-K30这两种方式则在不同程度上影响黄芪提取液的理化性质。因此,综上所述研究发现稀释过滤法对黄芪提取液理化性质的影响较小,比较适合用于中药提取液制备。稀释过滤法对于那些注重原料本性的产品(如保健品或化妆品)来说是很好的选择;而且,稀释过滤法能有效保存防紫外线成分,适用于美白防晒产品的制备,这也是现代美容护肤的趋势。在生产中可以根据实际需求选择相应的澄清方式,如需要保存中药原液抗氧化性又要有一定的澄清效果可以选择添加PVP-K30;只需考虑澄清程度,可以选择添加AlCl₃。

参考文献

- [1] 陈国辉,黄文凤. 黄芪的化学成分及药理作用研究进展[J]. 中国新药杂志,2008,17(17):1482-1485.
- [2] 涂良盛. 中药口服液与澄清度[J]. 中国民间疗法,2006,14(5):36-37.
- [3] 范一楠,刘妍. 浅谈提高中药口服液澄明度的新工艺[J]. 黑龙江科技信息,2009(13):89,174.
- [4] 黄婵娟,肖婷,张杰. 澄清技术解决中药液体制剂澄清度应用进展[J]. 湖南中医药导报,2004(7):72-73.
- [5] 郑琴,徐德生,冯怡. 改善中药口服液澄明度的思路[J]. 中成药,2006,28(10):1502-1505.
- [6] 龚慕辛,贾春伶. 天然澄清剂在中药提取液精制中的应用[J]. 北京中医,2001(6):43-45.
- [7] 杨丽姣. 三种中药口服液澄明度及其影响因素分析[J]. 中国药师,2010,13(5):743-744.
- [8] 许东晖,王胜,梅雪婷,等. 聚乙烯吡咯烷酮K30对姜黄素的增溶作用研究[J]. 中药材,2008,31(3):438-442.
- [9] 郭丽,郭圣荣,赵凤生. PVPK30对葛根黄豆苷元增溶的研究[J]. 中国医药工业杂志,2003(6):15-17.
- [10] 段静雨,李岩,王健慧,等. DPPH法测定金丝梅体外抗氧化活性[J]. 徐州医学院学报,2009,29(9):618-620.
- [11] 李春阳,许时婴,王璋. DPPH法测定葡萄籽原花青素清除自由基的能力[J]. 食品与生物技术学报,2006,25(2):102-106.

全国中文核心期刊
轻工行业优秀期刊