

丰城鸡血藤芒柄花素提取工艺研究*

★ 钟小群** 李艳 王丽静 利家平 朱良辉*** 徐丽瑛 李良 (江西省药物研究所 南昌 330029)

摘要:目的:对丰城鸡血藤有效成分芒柄花素的提取工艺进行研究。方法:采用 HPLC 法测定不同提取工艺及纯化工艺中芒柄花素含量,计算提取率。结果:芒柄花素的稀醇提取率大于水提取率,但是稀醇提取物复溶性差,产生大量黑色胶状、絮状及焦屑样的沉淀物;提取液滤去沉淀物后,其保留率小于纯化后的水提取物。结论:芒柄花素的稀醇溶解度大于水溶解度。药材可以采用稀醇提取。但是醇提取物纯化后和水提取结果相似。

关键词:丰城鸡血藤;HPLC;芒柄花素;提取方法

中图分类号:R 284.2 文献标识码:A

The Extraction Process Study of Formononetin in *Millettia nitida var hirsutissima* Z wei

ZHONGXiao-qun, LIYan, WANG Li-jing, LI Jia-ping, ZHU Liang-hui, XU Li-ying

Jiangxi Institute of Materia Medica, Nanchang, 330029

Abstract: Objective: To study the extraction and purification processes of Formononetin in *Millettia nitida var hirsutissima* Z wei. Method: HPLC was used to determinate the content of Formononetin in different extractions or purified extractions, by which the best method was chosen. Result: The extraction rate of Formononetin in water-alcohol was bigger than that in water, But the re-solubility of the former were not good with a large number of dark Jelly, flocculation and black Coke crumbs kind of sediments and had almost the same retention rate as that of the latter after filtered sediments. Conclusion: The dissolution of Formononetin in water-alcohol was bigger than that in pure water, the herb can use water-alcohol as its extraction solvent but with the same purified rate as that of water.

Key words: *Millettia nitida var hirsutissima* Z wei; HPLC; formononetin; extraction

丰城鸡血藤又称丰城崖豆藤,为豆科崖豆藤属植物丰城崖豆藤 *Millettia nitida var. hirsutissima* 的干燥藤茎,是正品鸡血藤的地区代用品,收载于江西省地方标准中。具有补血、活血、舒筋活络的功效,主要用于肢体麻木、瘫痪、腰膝酸痛、月经不调、贫血等症。为江西特色中药材,有悠久的人药历史。主要成分为大豆黄酮、染料木素、刺芒柄花素、芒柄花素、美皂异黄酮,及 3'-O-methylorobol (1),染料木素 (genistein, 2),鹰嘴豆芽素 A (biochanin A, 3),阿弗洛莫生 (afromosin, 4) 等异黄酮化合物^[1-2],本文对该药材有效芒柄花素的提取工艺进行系统研究,属于首次发表。

1 仪器与试剂

仪器:高效液相色谱仪 (Waters600 高压恒流泵; Waters2996 二极管阵列紫外检测器)

色谱柱: Alltech C₁₈ 柱 (4.6 × 250 mm, 5 μm);

对照品: 芒柄花素 (购于中检所。111703-200501)

丰城鸡血藤: 采于江西丰城市;

试剂: 流动相所用溶剂为色谱纯,其它试剂为分析纯。

2 方法与结果

2.1 供试品溶液的制备

2.1.1 提取溶液的制备 称取丰城鸡血藤 150 g, 分别加入 8 倍量水、30% 乙醇、50% 乙醇、70% 乙醇、90% 乙醇、半仿生溶液 (依次为 pH2-3、pH6-7、pH8-9)、回流提取 3 h, 3 次, 滤过, 适当浓缩, 滴加相同溶剂定容至 500 ml, 即得供试品溶液。另外一份先用 70% 乙醇回流提取 3 h, 2 次, 再加水煎煮 3 h, 2 次, 滤过, 滤液浓缩至 500 ml。

2.1.2 纯化溶液的制备 (水沉淀法) 吸取上述各供试品溶液 200 ml (相当 30 g 药材), 水浴浓缩至约

* 基金项目: 国家科技支撑计划子课题 (2006BAI06A18-09); 江西省科技计划任务。

** 作者简介: 钟小群 (1968 -), 女, 江西省吉安人, 硕士。Tel: (0791) 8105994; E-mail: zhqx1015@yahoo.com.cn

*** 通讯作者: 朱良辉 (1968 -), 男, 江西省赣州人, 硕士, 研究员。江西省药物研究所从事新药研究工作。Tel: (0791) 8100538; E-mail: zlh572@sohu.com

30 ml,棉花滤过至200 ml量瓶中,加热水反复冲洗沉淀,洗液定容至200 ml即得纯化溶液。

2.2 芒柄花素含量测定

系统适用性试验:以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(60:40)为流动相;检测波长为254 nm。理论板数按芒柄花素峰计算应不低于2 000。

对照品溶液的制备:精密称取芒柄花素对照品适量,加甲醇制成每1 ml含100 μg的溶液,摇匀,即得。

供试品溶液的制备:精密吸取上述各供试品溶液1 ml至10 ml容量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法:分别精密吸取上述对照品溶液与供试品溶液各10 μl,注入液相色谱仪,测定,结果见表1、表2。

表1 丰城鸡血藤提取溶剂的优选结果

编号	提取溶剂	芒柄花素/ mg·g ⁻¹	复溶性	复溶后水溶液外观
1	30%乙醇	0.2420	比较差	深棕色,絮状沉淀,不易滤过
2	50%乙醇	0.2472	差	深棕色,焦屑沉淀,不易滤过
3	70%乙醇	0.2298	差	棕褐色,松散胶状沉淀,易滤过
4	90%乙醇	0.2307	几乎不复溶	黄色,紧密胶状沉淀,极易滤过
5	水	0.1190	较好	黄棕色,混浊,易滤过
6	半仿生溶液	0.1120	较好	棕色,混浊,易滤过
7	混合溶剂	0.1657	差	褐色,松散胶状沉淀,易滤过

表2 纯化后的检测结果

编号	提取溶剂	芒柄花素/ mg·g ⁻¹	复溶性	复溶后水溶液外观
1	30%乙醇	0.0610	较好	棕色,混浊,易滤过
2	50%乙醇	0.0205	较好	棕色,混浊,易滤过
3	70%乙醇	0.0151	较好	棕色,混浊,易滤过
4	90%乙醇	0.0307	较好	棕色,混浊,易滤过
5	水	0.0607	较好	棕色,混浊,易滤过
6	半仿生溶液	0.0543	较好	棕色,混浊,易滤过
7	混合溶剂	0.0407	较好	棕色,混浊,易滤过

2.3 供试品复溶性考察

吸取各供试品溶液100 ml,蒸干,于80℃减压干燥5 h,研碎后各加入100 ml水,常温下搅拌使充分溶解,观察复溶解情况及复溶后水溶液外观。结果见表1。

3 结果与结论

表1的结果显示:丰城鸡血藤经不同提取溶剂提取后,芒柄花素的提取率差异比较大,从大到小排列为50%乙醇>30%乙醇>90%乙醇≈70%乙醇>混合溶剂>水>半仿生法,乙醇浓度与芒柄花素

提取量关系(见图1),最好的提取溶剂为50%乙醇;但是醇提取物的复溶性不如水提取物,产生大量黑色胶状、絮状及焦屑样的沉淀物。

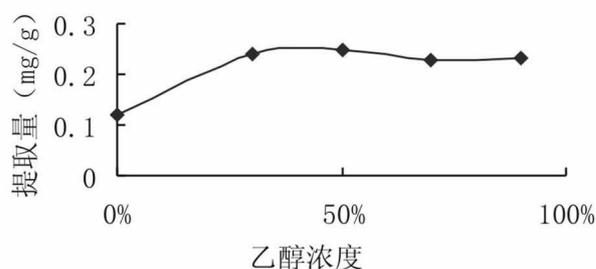


图1 不同乙醇浓度与芒柄花素提取量关系图

结果显示:丰城鸡血藤提取液纯化后,芒柄花素提取率均有比较大的下降,不同溶剂提取损失率从小到大排列为:30%乙醇≈水>半仿生>混合溶剂>90%乙醇>50%乙醇>70%乙醇。(损失率与乙醇浓度关系图见表3及图2)。

表3 提取液纯化后芒柄花素损失结果

编号	提取溶剂	芒柄花素纯化后损失率
1	30%乙醇	69.26%
2	50%乙醇	91.71%
3	70%乙醇	93.35%
4	90%乙醇	86.69%
5	水	48.99%
6	半仿生溶液	51.52%
7	混合溶剂	75.44%

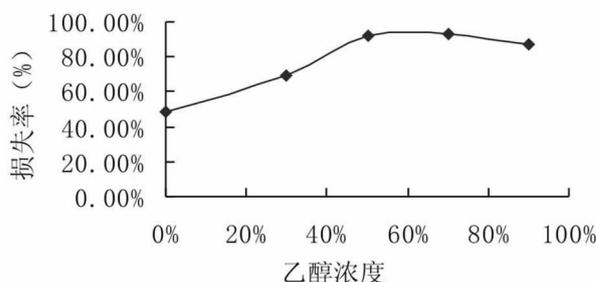


图2 乙醇浓度与损失率的关系图

从试验结果来看,丰城鸡血藤可以采用稀醇提取芒柄花素,但是如果用水沉淀法纯化,芒柄花素的损失比较大,其纯化方法还有待进一步探讨。

参考文献

- [1]冯洁,向诚,梁鸿,等.丰城鸡血藤异黄酮类成分的研究[J].中国中药杂志,2007,32(4):321-322.
- [2]王瑞,耿培武,福山爱保.香花崖豆藤化学成分的研究[J].中草药,1989,20(2):2.

(收稿日期:2009-02-11)