

苘麻总黄酮提取工艺的研究

库尔班尼沙·买提卡思木, 穆拉丁·库热西, 阿不都拉·阿巴斯*
(新疆大学生命科学与技术学院, 新疆 乌鲁木齐 830046)

摘 要: 采用分光光度法, 以芦丁为标准品测定苘麻茎中的总黄酮含量。在提取过程中通过单因素试验分析了乙醇浓度、料液比、回流时间及回流温度四个主要因素对提取率的影响。在单因素试验的基础上通过正交设计法优化苘麻黄酮提取工艺条件。结果表明: 苘麻总黄酮的最佳提取工艺条件为乙醇体积浓度为 75%, 料液比为 1:40, 回流温度为 60℃, 提取时间为 1.5h。此条件下苘麻茎的总黄酮得率为 6.72%。

关键词: 苘麻; 总黄酮; 提取工艺

Study on Extraction Technological Conditions of Total Flavonoids from *Abutilon theophrasti* Medic.

KURBANNISA Matkasim, MURADIL Kurax, ABDULLA Abbas*
(College of Life Science and Technology, Xinjiang University, Urumqi 830046, China)

Abstract: In this study flavonoids content in *Abutilon theophrasti* Medic. was detected by spectrometric method with rutin as standard material. In the extracting process of total flavonoids, four main factors including concentration of extracting solution, solid-liquid ratio, time and temperature were studied by single factor analysis method. The results showed that the optimal extracting conditions obtained by orthogonal analysis are as follows: ethanol concentration 75%, solid-liquid ratio 1:40, refluxing temperature 60 °C and extracting duration 1.5 h. Total flavonoids yield from *Abutilon theophrasti* Medic. is 6.72% by the optimal process.

Key words: *Abutilon theophrasti* Medic.; total flavonoids; extraction technology

中图分类号: R284.2

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2008)06-0156-03

苘麻(*Abutilon theophrasti* Medic.) 属于锦葵科苘麻属一年生草本植物, 广泛分布全国各地, 苘麻是苘麻属在新疆唯一的药用植物。全草味苦, 性平, 能解毒、祛风, 治痢疾、中耳炎、耳鸣、耳聋、关节酸痛等疾病^[1]。苘麻种子性味甜, 无毒, 能清热利湿、解毒、退翳, 用于治疗赤白痢疾、淋病涩痛、痈肿目翳、瘰癧。苘麻根味苦, 性平, 有消炎、利尿、下乳等作用^[2]。

苘麻具有广泛的生理活性, 分布广泛且资源丰富, 可至今国内外对其成分及药理的研究并不多, 尤其是有关苘麻黄酮类化合物的含量及其提取工艺等方面的研究在国内尚未见报道。长期以来人们一直把它当作田间杂草除去, 它的药理功效并没有受到重视。本实验对苘麻茎所含黄酮类化合物的含量及最佳提取工艺进行初步研究, 为苘麻资源的开发提供依据。

1 材料与方法

收稿日期: 2007-11-30

作者简介: 库尔班尼沙·买提卡思木(1983-), 女, 硕士研究生, 主要从事高等植物有效成分分析。

E-mail: kurbannisam@163.com

* 通讯作者: 阿不都拉·阿巴斯(1951-), 男, 教授, 主要从事资源植物研究。E-mail: abdulla@xju.edu.cn

1.1 材料、试剂与仪器

1.1.1 材料

苘麻茎于 2007 年 9 月采自新疆昌吉市。

1.1.2 试剂

芦丁(rutin)标准品; 石油醚、乙醇、硝酸铝、亚硝酸钠、氢氧化钠均为分析纯; 三氯化铝、盐酸-锌粉、氢氧化钠水溶液、乙酸钾均作为显色剂。

1.1.3 仪器

S24 可见分光光度计 上海棱光技术有限公司;
DF310A 型粉碎机 江苏省南通友邦机械有限公司; RE-52A 型旋转蒸发器 上海亚荣生化仪器厂; SHZ-D 循环水式真空泵 巩义市英峪峪华仪器厂; LAC164 电子分析天平(精确至 0.0001g) 梅特勒-托利多(上海)仪器有限公司; HH-S 型水浴锅 巩义市英峪峪华仪器厂; DHG-9141A 型电热恒温干燥箱 上海精宏试验设备有限公司; LQ-C 玻璃仪器气流烘干器; HH-S 型恒温水浴锅; 回流

提取装置；索氏提取装置。

1.2 方法

1.2.1 对照品溶液的制备

精密量取 120℃干燥恒重的丁标准品 50mg，用 30% 热乙醇溶解，待完全溶解后，定容在 100ml 的容量瓶中，制备成每毫升含有芦丁 0.5mg 的标准溶液。

1.2.2 标准曲线的绘制

精确量取上述储备对照品溶液 0.0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0ml 分别置于 25ml 容量瓶中，各加入 30% 的乙醇至 12.5ml，加入 5% 的亚硝酸钠 0.7ml，摇匀，放置 5min，然后又加入 10% 的硝酸铝 0.7ml，摇匀，放置 6min，再加入 4% 的氢氧化钠 4ml，用 30% 的乙醇定容，摇匀，放置 10min 后，在 510nm 处比色测定，试剂为空白参比。

1.2.3 样品溶液的制备

准确称取 2g 粉碎过目的苘麻茎粉末，用石油醚脱脂 6h，按 1:40 的料液比用 60% 的乙醇浸泡并进行回流提取 2h，将提取液抽滤，残渣继续用 60% 的乙醇回流 2h，合并滤液，浓缩后所得滤液置于 50ml 容量瓶中，用 60% 乙醇定容至刻度，摇匀备用。

1.2.4 样品总黄酮含量的测定

取上述样品液 5ml 于 25ml 容量瓶中，按标准曲线绘制方法测定吸光度，计算提取液中的黄酮含量。

$$\text{黄酮含量}(\%) = \frac{C \times N \times V}{m} \times 100$$

式中，C 为黄酮浓度(mg/ml)；N 为稀释倍数；V 为最初定容体积(ml)；m 为样品质量(mg)。

1.2.5 单因素试验

1.2.5.1 乙醇浓度对提取率的影响

分别用浓度为 30%、45%、60%、75%、90% 的乙醇，在料液比为 1:40、提取温度为 60℃、提取次数为两次、提取时间为 2h 的条件下进行提取，测定提取液中总黄酮含量。

1.2.5.2 料液比对提取率的影响

分别按 1:20、1:30、1:40、1:50、1:60 的料液比(g/ml)，在乙醇浓度为 60%、提取两次、提取温度为 60℃、提取时间为 2h 的条件下进行提取，测定提取液中的总黄酮含量。

1.2.5.3 时间对提取率的影响

在乙醇浓度为 60%、提取温度 60℃、料液比 1:40 的料液比条件下，分别用 1、1.5、2、2.5、3h 提取两次，测定提取液中的总黄酮含量。

1.2.5.4 温度对提取的影响

在乙醇浓度为 60%、料液比为 1:40、提取次数为两次、每次 2h 的条件下，于 40、50、60、70、80℃ 提取，测定提取液中的总黄酮含量。

1.2.6 正交试验

通过单因素试验对上述不同提取工艺参数进行了初步的筛选，为了分析参数影响主次因素，得到最佳的提取工艺，进行正交试验。参照单因素试验结果，以影响黄酮提取率的乙醇浓度、回流提取时间、料液比、回流温度为四个影响因素，在其三个水平 $L_9(3^4)$ 进行正交试验，优选最佳提取工艺。 $L_9(3^4)$ 因素水平见表 1。

表 1 $L_9(3^4)$ 因素水平表
Table 1 Factors and levels of $L_9(3^4)$ orthogonal test

水平	A 乙醇浓度(%)	B 料液比(g/ml)	C 浸提时间(h)	D 提取温度(℃)
1	45	1:30	1.5	50
2	60	1:40	2	60
3	75	1:50	2.5	70

2 结果与分析

2.1 标准曲线的绘制

以吸光度(A)为纵坐标，溶液浓度(C)为横坐标作图，得标准曲线，回归方程为： $Y=7.2357X+0.0064$ ， $R^2=0.9991$ 。

2.2 单因素试验

2.2.1 乙醇浓度对提取率的影响

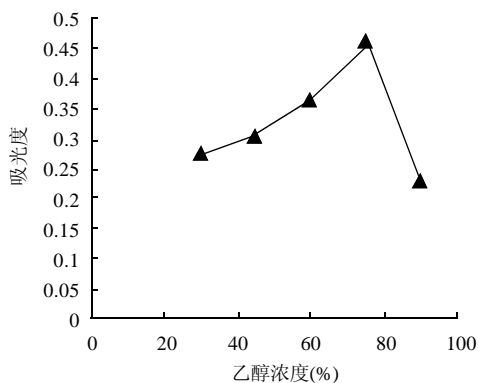


图 1 乙醇浓度对苘麻茎总黄酮提取率的影响
Fig.1 Effects of alcohol concentration on extraction

从图 1 中可以看出，乙醇浓度在 30%~75% 之间黄酮含量逐渐增高，75% 时黄酮含量最高，增加到 75% 以后就开始降低。可能是由于随着乙醇浓度增大，黄酮类化合物溶解度减少，同时一些醇溶性杂质、色素、亲脂性强的成分溶出量增加，这些成分与黄酮类化合物竞争同乙醇-水分子结合，从而导致黄酮类化合物的提取率下降^[3-4]，故选取乙醇浓度在 60%~75% 之内较好。

2.2.2 料液比对提取率的影响

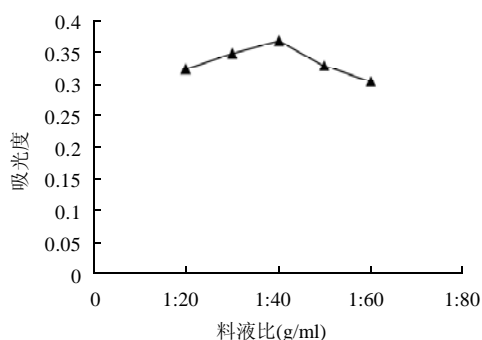


图2 料液比对苘麻茎总黄酮提取率的影响
Fig.2 Effects of solid-liquid ratio on extraction

从图2中可以看出,最初随着料液比的减小黄酮提取率就增大,但达到一定的料液比开始提取率就开始减少,一般来说,溶剂用量越大,提取率越大,但是,过小的料液比会造成溶剂和能源的浪费^[5],同时增大溶剂量,很有可能把一些不易溶出的成分提取出来,造成黄酮类化合物的提取率降低。故1:40的料液比最合适。

2.2.3 时间对提取率的影响

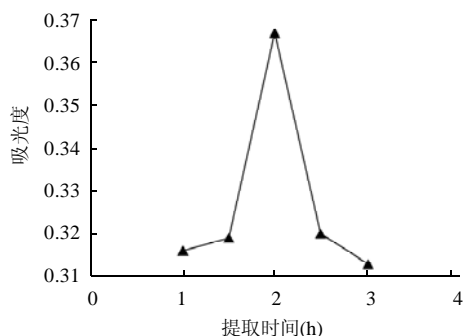


图3 提取时间对苘麻茎总黄酮提取率的影响
Fig.3 Effects of time on extraction

从图3中可知,当提取时间为2h时,提取效果最好。但若时间继续延长,总黄酮含量反而降低。这可能是回流时间太长,部分乙醇挥发而导致沸点逐渐增

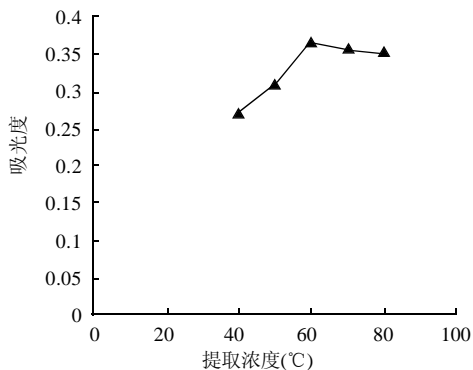


图4 提取温度对苘麻茎总黄酮提取率的影响
Fig.4 Effects of temperature on extraction

大,从而破坏某些黄酮类化合物^[6]。

2.2.4 温度对提取的影响结果

从图4中可知,40~80℃总黄酮含量出现了拐点,而60℃时总黄酮含量较高。随着提取温度的升高黄酮类化合物的提取率升高^[7]。但是温度过高可能引起黄酮类化合物结构被氧化破坏导致其提取率降低。因此,40℃为适宜提取温度。

2.3 正交试验结果

表2 正交试验结果及分析

Table 2 Orthogonal test results and analysis

水平	因素				提取率(%)
	A 乙醇浓度 (%)	B 料液比 (g/ml)	C 提取时间 (h)	D 提取温度 (°C)	
1	1	1	1	1	5.47
2	1	2	2	2	6.09
3	1	3	3	3	5.8
4	2	1	2	3	6.1
5	2	2	3	1	6.72
6	2	3	1	2	6.02
7	3	1	3	2	4.8
8	3	2	1	3	5.8
9	3	3	2	1	5.16
均值1	5.787	5.457	5.763	5.783	
均值2	6.28	6.203	5.783	5.637	
均值3	5.253	5.66	5.773	5.9	
极差	1.027	0.746	0.02	0.263	

由表2极差分析可知,影响总黄酮得率的主次顺序为A>B>D>C,即乙醇浓度>乙醇体积>提取温度>提取时间;乙醇回流提取苘麻黄酮的最佳的提取工艺为:乙醇浓度为70%左右,料液比在1:40,提取时间为1.5h,回流温度为60℃。

3 结论

3.1 通过单因素和正交试验,确定回流提取苘麻总黄酮最佳工艺为:将2g苘麻茎粉末,在60℃用80ml 75%的乙醇回流提取1.5h。这时苘麻茎总黄酮的得率为6.72%。

3.2 在影响苘麻总黄酮得率的四个因素中,乙醇浓度影响最大,为最显著因子,其次为乙醇体积和提取温度,提取时间影响最小。

参考文献:

- [1] 江苏新医学院. 中药大辞典:上册[M]. 上海:上海科学技术出版社,1977.
- [2] 新疆维吾尔自治区革命委员会卫生局. 新疆中草药[M]. 乌鲁木齐:新疆人民出版社,1975:344.
- [3] 余江柳,艾来提·苏里坦. 异叶青兰总黄酮提取工艺的研究[J]. 生物技术,2007,17(5):79-80.
- [4] 欧少英,钟兆健. 正交实验优选银杏叶总黄酮提取工艺的研究[J]. 广东药学,2004,14(3):30-34.
- [5] 孙晓龙,蒋伟哲,段小群,等. 正交设计优化龙眼参中黄酮类成分的提取工艺[J]. 广西医学,2004,26(11):1589-1591.
- [6] 李众飞. 黄瓜藤中黄酮的提取工艺研究[J]. 内蒙古农业科技,2005(1):20-21.
- [7] 毛燕,曹华如,吕健全. 喜树翅果总黄酮水提取工艺研究[J]. 林产化工通讯,2002,36(6):16-18.