

## 树脂吸附法提取黄芪皂甙

江正强

韩鲁佳

阎巧娟 刘向阳

(中国农业大学食品学院) (中国农业大学东校区科研处) (中国农业大学农业工程研究院)

**摘要** 对树脂吸附法提取黄芪皂甙进行了研究,通过试验确定了树脂吸附法提取黄芪皂甙的工艺条件。单因素试验结果表明:综合考虑黄芪皂甙粗品得率和皂甙含量,用体积分数为60%的乙醇提取,树脂柱长度为55 cm,体积分数为80%的乙醇洗脱时效果比较好。

**关键词** 黄芪皂甙; 提取; 树脂吸附法

**分类号** S 816.7; R 284.2

## Study on Extracting Astragaloside by Resin Absorbing Method

Jiang Zhengqiang

Han Lujia

(College of Food Science and Engineering, CAU) (Research and Development Office, East Part, CAU)

Yan Qiaojuan Liu Xiangyang

(Agricultural Engineering Institute, CAU)

**Abstract** The extraction of astragaloside from radix astragalii with a resin column has been studied. The method and processing conditions of extracting astragaloside from radix astragalii by resin absorbing method had been determined through a lot of experiments. According to the single factor experiment, when the astragaloside are extracted by 60% ethanol, the length of resin column is 55 cm and the elution concentration is 80%, the obtain rate and the content of astragaloside are relatively high.

**Key words** astragaloside; extracting; resin absorbing method

AB-8树脂是一种球形弱极性聚合物吸附剂,该树脂对皂甙有特殊的选择性,适合从水溶液中提取皂甙和某些有机物质。吸附树脂粒可通过再生反复使用。树脂吸附法已广泛用于甜菊糖甙、人参皂甙、三七皂甙、大豆皂甙等的提取分离,但用于提取黄芪皂甙的研究未见系统报道<sup>[1]</sup>。笔者对用不同柱长的AB-8树脂柱,以及不同体积分数的乙醇洗脱和提取时对黄芪皂甙粗品得率和皂甙含量的影响进行了试验研究。

### 1 材料及设备

#### 1.1 试验材料、仪器及试剂

**材料:** 黄芪,购自北京市海淀区医药经营公司,经鉴定为蒙古黄芪。

**试剂:** AB-8树脂,南开大学化工厂生产;蒸馏水,实验室自制;黄芪甲甙标准品,购自中国药品生物制品检定所;乙醇、香草醛、硫酸、甲醇均为AR级。

**仪器设备:** TU 1800SPC 紫外可见分光光度计,北京普析通用仪器有限责任公司;DZKW-

收稿日期: 2000-05-17

国家“九五”重点攻关专题

江正强,北京清华东路17号中国农业大学(东校区)294信箱,100083

D 型水浴锅, 河北黄骅市航天仪器厂; AB 204-B 型电子分析天平, 瑞士梅特勒公司; 金叶牌微量进液器, 上海联胜实验仪器厂; 101A-2 型电热恒温干燥箱, 上海实验仪器总厂; 砂芯层析柱,  $\Phi 40\text{mm} \times 800\text{mm}$ 。

## 1.2 AB-8 树脂的预处理

新树脂使用前必须进行预处理, 以去除树脂中含有的少量低聚物、有机物及有害离子。试验所使用树脂按产品说明书中介绍的方法进行预处理。

## 1.3 AB-8 树脂的使用方法

将黄芪提取液处理后上柱, 收集流出液, 再用蒸馏水洗涤并收集为水洗液, 最后用不同体积分数的乙醇洗脱皂甙, 收集为洗脱液。试验中流速控制为  $50 \sim 60 \text{ 滴} \cdot \text{min}^{-1}$  (约  $2 \sim 2.5 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ )。树脂柱反复使用时需要用 3 倍量的甲醇再生。

## 2 试验方法及结果分析

### 2.1 不同装柱长度(树脂量)对黄芪皂甙提取效果的影响

将一定量的树脂先进行预处理, 设计装柱长度分别为 22, 33, 44, 55, 66 cm (树脂用量分别约为 100, 150, 200, 250 和 300 g)。各取黄芪粗粉 80 g, 用体积分数  $\alpha$  乙醇为 95% 的乙醇回流提取 2 次。第 1 次加入乙醇的量为粗粉的 10 倍, 提取 2 h, 第 2 次加 8 倍, 提取 1.5 h, 合并滤液。

将滤液减压, 回收乙醇至无醇味, 浓缩物加蒸馏水溶解, 过滤。将滤液分别通过树脂柱, 用 2 倍量的蒸馏水洗涤树脂柱, 收集流出液和水洗液。再分别用 2 倍量的乙醇 ( $\alpha$  乙醇为 95%) 洗脱皂甙类成分, 收集洗脱液并减压回收乙醇, 浓缩物在  $60^\circ\text{C}$  的恒温干燥箱中干燥得黄芪皂甙粗品。测定所得黄芪皂甙粗品得率和粗品中皂甙的质量分数<sup>[2,3]</sup>, 结果见图 1。可见黄芪皂甙粗品得率随树脂柱长的增加而增加, 柱长为 55 cm 时得率最高, 达 1.23%, 随后得率下降。这是因为柱太短, 吸附效果差, 有些皂甙没有被吸附, 便随流出液流出; 柱太长, 料液与树脂接触机率大, 吸附效果好, 但洗脱困难。另外, 黄芪皂甙的含量一直随柱长的增加而降低。这是由于料液以一定速度流过树脂柱时, 柱越短吸附夹带的杂质就越少的原故。综合上述, 当装柱长度为 55 cm 时, 黄芪皂甙的提取效果较好。

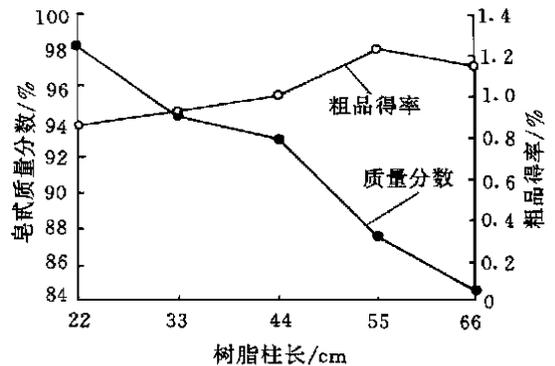


图 1 不同装柱长度对黄芪皂甙提取效果的影响

没有吸附, 便随流出液流出; 柱太长, 料液与树脂接触机率大, 吸附效果好, 但洗脱困难。另外, 黄芪皂甙的含量一直随柱长的增加而降低。这是由于料液以一定速度流过树脂柱时, 柱越短吸附夹带的杂质就越少的原故。综合上述, 当装柱长度为 55 cm 时, 黄芪皂甙的提取效果较好。

### 2.2 不同体积分数的乙醇洗脱对黄芪皂甙提取效果的影响

各取黄芪粗粉 80 g, 采用 44 cm 的树脂柱, 提取及通过树脂柱过程同 2.1。洗脱时分别用 2 倍量的无水乙醇及  $\alpha$  乙醇为 95%, 80%, 60%, 40% 和 20% 的乙醇洗脱皂甙类成分, 收集洗脱液减压回收乙醇, 浓缩物在  $60^\circ\text{C}$  下干燥得黄芪皂甙粗品。测定所得黄芪皂甙粗品的得率和粗品中皂甙的质量分数, 结果见图 2。

树脂吸附法分离黄芪皂甙是利用树脂对皂甙的特殊吸附作用, 再用乙醇洗脱使皂甙解吸得到皂甙, 因此, 不同体积分数的乙醇洗脱对黄芪皂甙的提取影响很大。由图 2 可见, 随着  $\alpha$  乙醇) 的提高, 粗品得率下降很大, 含量相应提高, 且  $\alpha$  乙醇) 对皂甙含量和粗品得率的影响

都较大。这是由于， $\alpha$ (乙醇)越高，越有助于解吸皂甙，且带出的水溶性物质越少。综合考虑， $\alpha$ (乙醇)为80%的乙醇洗脱时效果较好，得率为2.86%，质量分数为76%。

### 2.3 不同体积分数乙醇作为溶媒对黄芪皂甙提取效果的影响

各取黄芪粗粉80g，分别用无水乙醇及 $\alpha$ (乙醇)为95%，80%，60%和40%乙醇提取2次。第1次加溶剂量为黄芪的10倍，提取2h；第2次加溶剂量8倍，提取1.5h。合并提取液减压回收乙醇至无醇味并浓缩，将浓缩物加蒸馏水溶解过滤。用2.1所述树脂吸附法得到黄芪皂甙粗品。测定所得的黄芪皂甙粗品的得率和皂甙的质量分数，结果见图3。可以看出，提取过程中所用乙醇的体积分数对黄芪皂甙提取效果的影响很大。皂甙含量随 $\alpha$ (乙醇)的增加而增高；黄芪皂甙粗品得率在 $\alpha$ (乙醇)较低时随 $\alpha$ (乙醇)的增加而增高，在 $\alpha$ (乙醇)较高时随 $\alpha$ (乙醇)的增高而降低，当 $\alpha$ (乙醇)为60%时得率最高。这是由于在用较高体积分数的乙醇提取时，提取出的水溶性物质减少，料液过柱时吸附和洗脱效果好，故皂甙含量增高，而粗品得率相应降低；当 $\alpha$ (乙醇)较低时，虽然提取物增加，但由于多为水溶性物质，大多随流出液和水洗液流出，且由于大量水溶性物质的存在，减少了树脂吸附皂甙的机会，所以不仅含量降低，其得率也不高。乙醇体积分数为60%时提取效果较好。

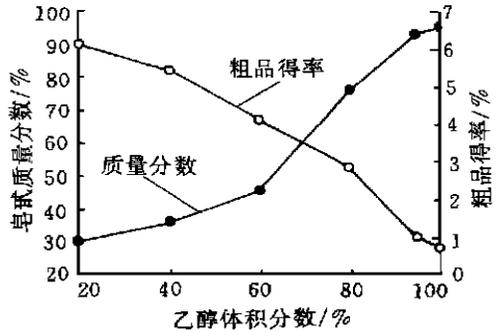


图2 不同体积分数乙醇洗脱对黄芪皂甙提取效果的影响

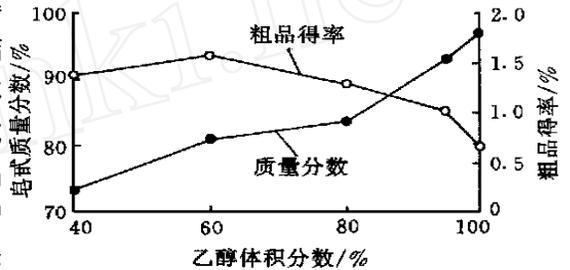


图3 不同体积分数的乙醇作为溶媒对黄芪皂甙提取效果的影响

### 3 结论

- 1) 试验结果表明，黄芪皂甙粗品得率随树脂柱柱长的增加而增加，柱长55cm时得率最高，随后得率下降；而黄芪皂甙的含量却一直随柱长的增加而降低，综合效果以55cm的柱长较好。
- 2) 用乙醇洗脱时，随着乙醇体积分数的增加，黄芪皂甙粗品得率下降，皂甙含量增高，且乙醇体积分数对含量和得率的影响都较大。综合考虑，用 $\alpha$ (乙醇)为80%的乙醇洗脱效果较好。
- 3) 黄芪皂甙的含量随提取所用乙醇体积分数的增加而增加，黄芪皂甙粗品得率在 $\alpha$ (乙醇)较低时随 $\alpha$ (乙醇)的增加而增加，在 $\alpha$ (乙醇)较高时随 $\alpha$ (乙醇)的增加而降低。 $\alpha$ (乙醇)为60%时得率最高，提取效果较好。

### 参考文献

- 1 田 晶, 卢明春, 苏志国, 等 AB-8 树脂法提取大豆皂甙的研究 食品与发酵工业, 2000, 16(1): 16~ 19
- 2 杜 薇 黄芪中黄芪甲甙的提取及含量测定 时珍国药研究, 1996, 7(4): 217~ 218
- 3 王宝琴, 苏 健, 鲁 静 黄芪甲甙的检测在中药质控中的应用 中国中药杂志, 1996, 21(3): 161~ 164