

红参提取工艺的考察研究

王彤¹, 李德坤^{2,3}, 鞠爱春^{2,3*}, 叶正良^{2,3*}

¹天津医科大学药学院, 天津 300070; ²天津天士力之骄药业有限公司;

³天津市中药注射剂安全性评价企业重点实验室, 天津 300402

摘要:通过正交实验优选红参总皂苷和多糖的提取工艺。分别以红参总皂苷和红参多糖得率为考察指标, 采用紫外分光光度法和高碘酸钠滴定法进行含量测定, 红参总皂苷提取的最佳工艺条件为乙醇浓度 85%, 料液比 1:10, 提取时间 3 h, 提取次数 2 次, 红参总皂苷约占生药材的 2.92%, 转移率为 85.88%。红参多糖提取的最佳工艺条件为料液比 1:8, 提取时间 2 h, 提取次数 2 次, 红参多糖约占生药材的 8.79%, 转移率为 82.23%。总皂苷和总糖提取率较高, 可用于红参的提取。

关键词:红参; 总皂苷; 多糖; 正交实验; 提取工艺

中图分类号: R932

文献标识码: A

DOI: 10.16333/j.1001-6880.2017.S.029

Extracting and preparing process of *Ophiopogon* polysaccharides

WANG Tong¹, LI De-kun^{2,3}, JU Ai-chun^{2,3*}, YE Zheng-liang^{2,3*}

¹Tianjin Medical University College of Pharmacy, Tianjin 300070, China;

²TianJinTasly Pride Pharmaceutical Co., Ltd.; ³Tianjin Key Laboratory of Safety Evaluation Enterprise of Traditional Chinese Medicine Injections, Tianjin 300402, China

Abstract: The extraction process of total saponins and polysaccharides of red ginseng was optimized by orthogonal experiment. Regarding red ginseng total saponins and polysaccharide yield as examining index, using uv spectrophotometry and sodium periodate titration method for content determination of optimum process conditions. The optimum extraction conditions of total saponins are as follows: 85% ethanol concentration, solid-liquid ratio 1:10, extracting time 3 h, extraction times 2 times, red ginseng total saponins accounted for about 2.92% of the medicinal materials, the transfer rate is 85.88%. The optimum extraction conditions of polysaccharide are as follows: solid-liquid ratio 1:8, extraction time 2 h, extraction times 2 times, red ginseng polysaccharide accounted for about 8.79% of medicine materials, the transfer rate is 82.23%. Total saponins and total sugar extraction rate is high, can be used for the extraction of red ginseng.

Key words: red ginseng; ginsenoside; polysaccharide; orthogonal experiment; extraction technology

人参加工产品按加工工艺可分为: 红参、生晒参、全须生晒参、保鲜参和活性参等。其中红参是人参的熟制品, 是以优质鲜人参为原料, 经刷洗、蒸制、烘干而制成。其性甘、味微苦, 温。归脾、肺、心、肾经。具有大补元气, 浮脉固脱, 益气摄血。用于体恤欲脱, 肢冷脉微, 气不摄血, 崩漏下血^[1]。对比人参而言, 红参在加工时因高温蒸熟, 使参根中的水解酶、淀粉酶、麦芽糖酶等均因受热而变性, 这样既防止人参皂苷水解反应又阻止了参根中淀粉酶水解糖化, 有利于营养成分的保持。而且经炮制后的红参相较于人参有“增效减毒”的作用。

红参中最主要的化学成分为人参皂苷和多糖, 除此之外还含有脂肪酸、生物碱、挥发油、氨基酸、黄酮等成分。大量研究表明, 红参中的人参皂苷和多糖在心血管系统、中枢神经系统、免疫系统、抗肿瘤方面均具有一定的药理活性^[2-4]。詹樾等证明单体皂苷 Rg₁、Rg₂、Rb₁ 在心肌缺血再灌注损伤方面有明显的防护作用^[5]。相关研究通过动物实验证明了人参皂苷对中枢神经系统的作用, 如 Rg₁ 可以提高机体活动能力^[6]。人参皂苷 Rg₃ 使小鼠负重游泳时间、累计爬杆时间均增加, 疲劳小鼠的血尿素氮水平、血乳酸的量减少, 但肌、肝糖原的量、肌肉组织 Na⁺-K⁺-ATP 酶活力增加, 其网状内皮细胞吞噬功能增强^[7]。红参多糖也具有提高免疫功能的作用, 李慧文通过免疫抑制小鼠的实验模型证明红参多糖

不但可以提高 T、B 淋巴细胞的增值能力,也能提高 NK 细胞的活性^[8]。目前为止,人参皂苷中针对抗肿瘤作用较为公认的主要有人参皂苷 Rg₃、Rh₂ 和 Ck,其中 Rg₃ 和 Rh₂ 只微量存在于红参中。人参皂苷 Rg₃ 具有抑制肿瘤生长的作用,其抗肿瘤机制非常复杂,但归结起来主要与抑制肿瘤血管生成,抑制肿瘤细胞侵袭和转移,调控肿瘤细胞增殖周期,诱导细胞分化和凋亡,逆转肿瘤多药耐药性,影响肿瘤信号传导相关基因的表达,增强肿瘤化疗患者的免疫功能有关^[9,10]。陶丽华等^[11]研究表明,人参皂苷 Rh₂ 试验合适的剂量下对自发性肺转移具有明显的抑制作用。

本文以红参饮片为原料,充分利用药材,分别通过正交实验设计人参总皂苷及红参多糖的提取工艺,先以乙醇为溶剂提取总皂苷,再以纯化水为溶剂提取多糖成分,提高红参药材的利用率。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

HACH DR 5000 紫外可见分光光度计, METTLER TOLEDO XAL 204 型万分之一和 METTLER TOLEDO XS 105 型十万分之一电子天平(瑞士 METTLER 公司);WK-200B 高速药物粉碎机(青州市精诚机械有限公司);药典筛(浙江上虞市五星冲压筛具厂);98-1-B 型数字控温电热套(天津市泰斯特仪器有限公司);DK-S28 型电热恒温水浴锅(上海森信试验仪器有限公司);SPE 商品柱(型号 PSZG 5006, 500 mg/6mL, 天津博纳艾杰尔科技有限公司)。

1.2 试剂

红参饮片(天津天士力之骄药业有限公司提供,批号:1605001);香草醛(天津市清华津英科技有限公司,批号:20061210);冰乙酸(天津康科德科技有限公司,批号:20160317);高氯酸(天津政成化学制品有限公司,批号:20120408);人参皂苷 Re(中国食品药品检定研究院,批号:110754-201525);三氯甲烷(利安隆博华(天津)医药化学有限公司,原天津市化学试剂二厂,批号:20140711);氢氧化钠(天津市风船化学试剂科技有限公司,批号:0101018);甲醇(分析纯,天津市康科德科技有限公司,批号:160706);AB-8 树脂(小球型,天津南开和成科技有限公司);高碘酸钠(分析纯,天津市天大化工实验厂);碘化钾(分析纯,天津市风船化学试

剂科技有限公司);硫代硫酸钠(分析纯,天津市风船化学试剂科技有限公司);无水碳酸钠(分析纯,天津市化学试剂三厂);基准重铬酸钾(分析纯,天津市标准科技有限公司);硫酸(分析纯,天津市化学试剂三厂);淀粉(分析纯,天津市化学试剂三厂);纯化水为实验室自制。

2 方法与结果

2.1 红参药材水分的测定

取红参药材粉末 2~5 g(已过 4 号筛),平铺于干燥至恒重的扁形称量瓶中,厚度不超过 5 mm,精密称定,开启瓶盖在 100~105 °C 干燥 5 h,将瓶盖盖好,移置干燥器中,放冷 30 min,精密称定,再在上述温度干燥 1 h,放冷,称重,至连续两次称重的差异不超过 5 mg 为止。根据减失的重量,计算供试品中含水量(%)。

测得本批红参药材水分含量为 8.9%。

2.2 红参药材中总皂苷含量的测定

参照《天津天士力之骄药业有限公司红参质量标准》检测(照紫外分光光度法《中国药典》2015 年版四部通则 0401 测定),已通过方法学验证。

2.2.1 对照品溶液的制备

精密称取人参皂苷 Re 对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 2 mg 的溶液,摇匀,即得。

2.2.2 供试品溶液的制备

红参 100 g(去芦头),粉碎过 4 号筛,混匀,取 10 g 粉末,精密称定,置圆底烧瓶中,加入氯仿 100 mL 加热,回流 3 h,弃去氯仿液;然后药渣挥干溶剂后,加入 85% 乙醇回流提取 2 次,每次加入量为 80 mL,回流时间分别为 2 h 和 1 h。提取液减压回收至乙醇无醇味,用 0.5 mol/L 氢氧化钠的 20% 甲醇溶液转移定容至 100 mL 量瓶中。精密量取上述溶液 10 mL,上预先处理好的 AB-8 树脂柱(80~100 目,柱内径 6~8 mm,树脂柱高约 5 cm;先用约 10 mL 甲醇冲洗,再用 0.5 mol/L 的氢氧化钠的 20% 甲醇溶液约 5 mL 冲洗处理),以 0.5 mol/L 的氢氧化钠的 20% 甲醇溶液 5 mL 冲洗,流出液弃去,再以 20% 甲醇溶液 10 mL 冲洗,流出液弃去,然后用甲醇洗脱收集于 10 mL 量瓶中至近刻度,加甲醇至刻度,摇匀,过 0.45 μm 滤膜,取续滤液作为供试品溶液。

2.2.3 测定法

精密量取对照品溶液 20, 40, 60, 80, 100 μL 及供试品溶液 40 μL, 分别置 10 mL 具塞试管中。置

水浴中挥干溶剂后取出,放冷,精密加新配制的 5% 香草醛-冰醋酸和高氯酸混合液(2:8)1 mL,摇匀。置 60 ℃ 水浴中加热 15 min,取出,立即置冰浴中冷却 2 min。精密加冰醋酸 5 mL,摇匀,在室温下放置

5 min。以相应试剂为空白,在 550 nm 处测定吸收度,计算,即得。

2.2.4 测定结果

表 1 红参药材中总皂苷含量测定线性关系结果

Table 1 Determination of Linearity of Total Saponins in Red Ginseng Herbs

标品 (mL) Reference substance	0.02	0.04	0.06	0.08	0.10
吸光度 (ABS) Absorbance	0.162	0.348	0.516	0.687	0.860
线性回归方程 Linear regression equation	$Y = 8.675 X - 0.0059 \quad R^2 = 0.9997$				

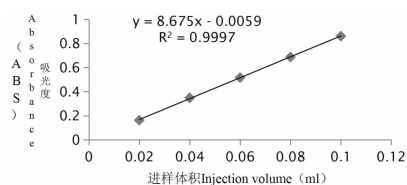


图 1 红参药材总皂苷含量测定线性关系图

Fig. 1 Linear relationship between total saponins content of red ginseng medicine

2.3 紫外分光光度法优选红参总皂苷提取工艺

2.3.1 红参总皂苷提取工艺的考察

在参考文献的基础上,采用了乙醇浓度、料

表 2 红参原药材的总皂苷测定结果

Table 2 The results of total saponin determination of Radix

样品 Sample	总皂苷含量 (%) Total saponin content	平均值 (%) Average value	RSD (%)
1	3.36	3.40%	1.19
2	3.41		
3	3.44		

液比、提取时间和提取次数四因素来考察。称取红参药材 50 g,浸泡 1 h 后,按正交表中各条件进行提取,提取液合并后分别进行抽滤,记录下体积,以总皂苷含量为考察指标。

表 3 红参总皂苷正交因素水平表

Table 3 The level of orthogonal factors of total saponins of red ginseng

因素水平 Level factor	A(乙醇浓度) Ethanol %	B(料液比) Material ratio	C(提取时间) Time (h)	D(提取次数) Times
1	85%	1:06	1	1
2	90%	1:08	2	2
3	95%	1:10	3	3

2.3.2 红参中总皂苷的含量测定

精密量“2.2.1”项下取对照品溶液 20, 40, 60, 80, 100 μ L, 分别置 10 mL 具塞试管中。置水浴中挥干溶剂后取出,放冷,精密加新配制的 5% 香草醛-冰醋酸和高氯酸混合液(2:8)1 mL,摇匀。置 60 ℃ 水浴中加热 15 min,取出,立即置冰浴中冷却 2 min。精密加冰醋酸 5 mL,摇匀,在室温下放置 5 min。以相应试剂为空白,在 550 nm 处测定吸收度,即得标准曲线。

分别精密量取上述正交实验的九份提取液所对应 1 g 生药材的药液的量,上预先处理好的 AB-8 树

脂柱(80~100 目,柱内径 6~8 mm,树脂柱高约 5 cm;先用约 10 mL 甲醇冲洗,再用 0.5 mol/L 的氢氧化钠的 20% 甲醇溶液约 5 mL 冲洗处理),以 0.5 mol/L 的氢氧化钠的 20% 甲醇溶液 5 mL 冲洗,流出液弃去,再以 20% 甲醇溶液 10 mL 冲洗,流出液弃去,然后用甲醇洗脱收集于 10 mL 量瓶中至近刻度,加甲醇至刻度,摇匀,过 0.45 μ m 滤膜,取续滤液作为供试品溶液。

2.3.3 测定方法

同“2.2.3”项下的测定方法。

2.3.4 红参总皂苷提取工艺测定结果

表 4 红参正交实验总皂苷含量结果

Table 4 The results of total saponins in red yeast orthogonal experiment

因素 Factor 试验 Experiment	A 乙醇浓度 Ethanol %	B 乙醇用量 Material ratio	C 提取时间(h) Time	D 提取次数 Times	总皂苷含量 Content(%)
一	85%	1:06	1	1	2.49
二	85%	1:08	2	2	2.85
三	85%	1:10	3	3	3.06
四	90%	1:06	2	3	2.64
五	90%	1:08	3	1	2.47
六	90%	1:10	1	2	2.79
七	95%	1:06	3	2	1.56
八	95%	1:08	1	3	1.53
九	95%	1:10	2	1	1.21
K1	2.8	2.23	2.27	2.057	
K2	2.633	2.283	2.233	2.4	
K3	1.433	2.353	2.363	2.41	
R	1.367	0.123	0.13	0.353	

表 5 红参正交实验方差分析表($\alpha=0.05$)Table 5 Analysis of orthogonal experiment variance of red ginseng ($\alpha = 0.05$)

因素 Factor	偏差平方和 Deviation squared sum	自由度 Degrees of freedom	F 比 F	F 临界值 F critical value	显著性 Significance
乙醇浓度 Ethanol	3.336	2	145.043	19	*
料液比 Ratio	0.023	2	1	19	
提取时间 Time	0.027	2	1.174	19	
提取次数 Times	0.243	2	10.565	19	
误差 Error	0.02	2			

由表 4、5 可知,各因素对红参中总皂苷的得率影响的主次顺序为 A > D > C > B,即乙醇浓度 > 提取次数 > 提取时间 > 料液比,最佳工艺为 A₁B₃C₃D₃,即乙醇浓度 85%,料液比 1:10,提取时间 3h,提取次数 3 次,但从生产上考虑,综合能源及实验结果将最佳工艺定为乙醇浓度 85%,料液比 1:

10,提取时间 3 h,提取次数 2 次。

2.3.5 红参总皂苷最佳提取工艺的确定

根据正交实验确定的最佳提取工艺条件,验证三批,通过 2.3.2 的方法测定总皂苷含量,以确定该条件是否为最佳提取工艺。

2.3.6 红参总皂苷提取最佳工艺验证结果

表 6 红参总皂苷提取最佳工艺验证结果

Table 6 The best process for the extraction of total saponins from red ginseng

验证样品 Sample	A	B	C (h)	D	总皂苷含量(%) Total saponins(%)
1	85%	1:10	3	2 次	2.98
2	85%	1:10	3	2 次	2.95
3	85%	1:10	3	2 次	2.80
平均值 Average value	2.91				
RSD(%)	3.31				

三份平行验证数据显示总皂苷含量在 2.91%，药材中总皂苷含量为 3.4%，则提取率为 85.59%，提取率较高，认为该工艺可靠可行。

2.4 红参药材中多糖含量的测定

2.4.1 红参药材中多糖含量最佳提取条件及含量

取 10g 红参粉末，以“2.3.6”项下的最佳工艺

进行提取后，药渣再以纯化水进行多糖提取，1:30 的料液比，每次提取 1 h，红参粉末分别测量提取第 1 次，第 2 次，第 3 次和第 4 次的多糖含量。

由数据及曲线趋势分析得出到第四次提取时，红参中多糖已基本没有，所以认为提取 3 次可以完全提取出红参粉末中的多糖含量。

表 7 红参药材中总糖含量测定(提取次数考察)

Table 7 Determination of total sugar content in red ginseng medicine (extraction times)

实验 Experiment	第 1 次 First	第 2 次 Second	第 3 次 Third	第 4 次 Forth
多糖含量 Content (%)	8.79	2.14	0.98	0.23

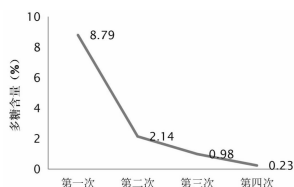


图 2 红参药材中多糖含量测定(提取次数考察)

[Fig. 2 Determination of total sugar in red ginseng (Extraction times)]

2.4.2 高碘酸钠滴定法测定红参多糖含量

2.4.2.1 对照品溶液的配制

称取葡萄糖对照品 100.01 mg，精密称定，纯化水溶解并定容至 50 mL 容量瓶中，密塞摇匀，即得。

2.4.2.2 供试品溶液的制备

精密称取红参药材粉末(过 4 号筛) 10.0 g，置 500 mL 圆底烧瓶中，加 85% 乙醇 100 mL，回流提取 3 h，趁热过滤，滤渣加 85% 乙醇 100 mL，继续回流提取 3 h，滤液弃去，药渣再加纯化水 300 mL，回流提取 1 h，趁热过滤，滤渣继续加纯化水 300 mL，回流提取 1 h，共进行三次，三次提取滤液合并，记录体积。取 1 g 药材所对应的药液体积量，过 SPE 商品柱(型号 PSZG)，流速约 1.0 mL/min，纯化水洗脱，收集洗脱液于 100 mL 容量瓶中，至 90 mL 时加水定容，密塞摇匀，即得供试品溶液。

2.4.2.3 溶液的配制

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的配制:称取 78 g 硫代硫酸钠粉末,0.6002 g 无水碳酸钠粉末,用 3000 mL 刚沸过的冷水溶解。(参照中国药典 2015 版第四部通则 8006 滴定液项下 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的配制方法进行配制)

淀粉指示剂的配制:取可溶性淀粉 0.5 g，加水 5 mL 搅匀后，缓缓倾入 100 mL 沸水中，随加随搅

拌,继续煮沸 2 min,放冷,倾取上层清液,即得。本液为临用新制。(参照中国药典 2015 版第四部通则 8005 指示剂与指示液项下淀粉指示剂的配制方法)

稀硫酸溶液的配制:取硫酸 57 mL，加水稀释至 1000 mL，即得。(参照中国药典 2015 版第四部通则 8002 试液项下稀硫酸的配制)

高碘酸钠溶液的配制:称取高碘酸钠固体 6.0005 g，500 mL 纯化水溶解，即得。

重铬酸钾基准物质的恒重:取适量重铬酸钾置于称量瓶中，于 120 °C 烘箱中干燥至恒重。

2.4.2.4 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的标定及结果

取 3 份恒重过的重铬酸钾 0.15 g，精密称定，置碘瓶中，加水 50 mL 使溶解，加碘化钾 2.0 g，振摇溶解，加稀硫酸 40 mL，摇匀后密塞；在暗处放置 10 min 后，加 250 mL 纯化水稀释，用上述溶液滴定至近终点时，加 3 mL 淀粉指示液，继续滴定至蓝色消失而显亮绿色，并将滴定的结果用空白实验校正。每 1 mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0.1 mol/L) 溶液相当于 4.903 mg 的重铬酸钾，根据消耗量与重铬酸钾取用量，即得 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液浓度。

根据上表所示结果，配制的硫代硫酸钠溶液的浓度为 0.105007 mol/L。

2.4.2.5 多糖含量测定

精密吸取 10 mL 供试品溶液置 500 mL 碘量瓶中，加 NaIO_4 (约 12 mg/mL) 10.00 mL，水 50.0 mL，稀硫酸 40.0 mL，水浴加热 30 min，放冷至室温，加碘化钾 2.0g，水 10.0 mL，密塞，摇匀，于暗处反应 5 min，用标定好的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定，至近终点时加淀粉指示剂 3 mL，继续滴定至蓝色消失，记下读数，并将滴定的结果用空白实验校正。每 1 mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液 (0.1 mol/L) 相当于葡萄糖 1.8 mg。经计算，

表 8 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标定结果
Table 8 The calibration results of $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

	重铬酸钾取用量 (g)	消耗 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 量 (mL)	ΔV (ml)	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 浓度 (mol/L)	平均值 Average value	RSD
空白	-	0.01	-	-	-	-
标定-1	0.15	29.19	29.18	0.104837		
标定-2	0.1503	29.19	29.18	0.105047		
标定-3	0.1503	29.19	29.18	0.105047	0.105007	0.09%
标定-4	0.1503	29.15	29.14	0.105051		
标定-5	0.15	29.13	29.12	0.105053		

标定过的每 1 mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液 (0.105007 mol/L) 相当于葡萄糖 1.8901 mg。

2.4.2.6 测定结果

红参药材经过最佳醇提工艺后,经测定,药材中含有 10.69% 的多糖。

2.5 滴定法优选红参多糖提取工艺

2.5.1 红参多糖提取工艺的考察

本节实验采用的药渣为上述 2.3.6 的醇提最佳工艺条件提取过总皂苷的红参药材,在参考文献的

基础上,采用了料液比、提取时间和提取次数三因素来考察。称取红参药材 50 g,浸泡 1 h 后,按正交表中各条件进行提取,提取液合并后分别进行抽滤,记录下体积,以多糖含量为考察指标。

2.5.2 红参多糖的含量测定

将九份提取液各取 1 g 生药材的量,过 SPE 商品柱(型号 PSZG),流速约 1.0 mL/min,纯化水洗脱,收集洗脱液约 90 mL 于 100 mL 容量瓶中,加水定容,密塞摇匀即得样品品溶液。

表 9 红参多糖正交因素水平表 $L_9(3^4)$

Table 9 Orthogonal factor level table of Red ginseng polysaccharide $L_9(3^4)$

因素 Factor 水平 Level	因素 1 Factor 1 料液比 Material ratio	因素 2 Factor 2 提取时间 Time (h)	因素 3 Factor 3 提取次数 Times
1	1:06	1	1
2	1:07	1.5	2
3	1:08	2	3

精密吸取 10 mL 样品溶液置 500 mL 碘量瓶中,加 NaIO_4 (约 12 mg/mL) 10.00 mL,水 50.0 mL,稀硫酸 40.0 mL,水浴加热 30 min,放冷至室温,加碘化钾 2.0 g,水 10.0 mL,密塞,摇匀,于暗处反应 5 min,用标定好的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定,至近终点时加 3 mL 淀粉指示剂,继续滴定至蓝色消失,记下读数,

并将滴定的结果用空白实验校正。每 1 mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液 (0.1 mol \cdot L⁻¹) 相当于葡萄糖 1.8 mg。因此,每 1 mL 的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0.1044 mol/L) 溶液相当于葡萄糖 1.8774 mg。

2.5.3 红参多糖提取工艺正交实验结果

表 10 红参多糖提取正交实验结果

Table 10 Orthogonal experimental results of polysaccharide of Red ginseng

实验 Experiment	因素 A Factor A 料液比 Material ratio	因素 B Factor B 提取时间 Time (h)	因素 C Factor C 提取次数 Times	多糖含量 Polysaccharide (%)
一	1(1:6)	1(1)	1(1)	63.09
二	1(1:6)	2(2)	2(2)	83.21
三	1(1:6)	3(3)	3(3)	85.77
四	2(1:7)	1(1)	2(2)	74.36

续表 10(Continued Tab. 10)

实验 Experiment	因素 A(料液比) Material ratio	因素 B(提取时间) /h Time	因素 C(提取次数) Times	多糖含量(%) Polysaccharide(%)
五	2(1:7)	2(2)	3(3)	82.68
六	2(1:7)	3(3)	1(1)	73.92
七	3(1:8)	1(1)	3(3)	76.97
八	3(1:8)	2(2)	1(1)	69.98
九	3(1:8)	3(3)	2(2)	87.9
K1	86.083	79.939	77.08	
K2	85.451	87.346	90.821	
K3	87.047	91.295	90.68	
R	1.596	11.356	13.741	

表 11 红参多糖正交实验方差分析表($\alpha=0.05$)Table 11 Variance analysis table of polysaccharide of Red Ginseng($\alpha=0.05$)

因素 Factors	偏差平方和 Deviationsquared sum	自由度 Degrees of freedom	F 比	F 临界值 F critical value	显著性 Significance
料液比 Material ratio	2.677	2	0.837	19	
提取时间 Time	188.634	2	58.985	19	*
提取次数 Times	328.62	2	102.758	19	*
误差 Error	3.2	2			

通过对正交实验数据计算分析,各因素对红参中人参总皂苷的得率影响的主次顺序为 $C > B > A$,即提取次数 $>$ 提取时间 $>$ 料液比,最佳条件为 $A_3B_3C_2$,即最佳工艺为料液比 1:8,提取时间 2 h,提取次数 2 次。由于设计的正交实验表中无这一条件,所以将验证三批,如果验证的总糖含量高于正交

表中最高含量,即认为其为最佳工艺。

2.5.4 红参多糖最佳提取工艺验证

根据正交实验确定的最佳提取工艺条件,验证三批,通过“2.5.2”项下的方法测定多糖含量,以确定该条件是否为最佳提取工艺。

2.5.5 红参多糖最佳提取工艺验证结果

表 12 红参多糖提取验证实验结果

Table 12 Extraction validation experimental Results of polysaccharide of Red Ginseng

验证样品 Sample	A	B (h)	C	多糖含量 Polysaccharide(%)
1	1:8	2	2 次	8.97
2	1:8	2	2 次	8.76
3	1:8	2	2 次	8.65
平均值 Average value	8.79%			
RSD(%)	1.85%			

由验证结果来看,多糖含量平均值为 8.79%,“2.4.2”项下药材中多糖含量为 10.69%,所以水提取的多糖转移率为 82.23%,提取率较高,该工艺可行可靠。

3 总结与展望

本文采用正交实验法优选出红参中人参总皂苷最佳提取工艺为 85% 乙醇,料液比 1:10,提取时间

3h,提取次数2次,总皂苷含量为2.92%。提取后的红参药渣以多糖类成分为指标,最佳提取工艺条件为8倍量水,提取2次,每次提取2h,多糖含量为8.79%。现今国内大部分制药企业利用药材的模式较为单一,利用率较低,本文采用的药材红参价格又较高,所以优选出的工艺不仅操作简单,而且经济可行,实现一种药材多种用途,一种药材多种药理活性的利用,为红参的综合提取工艺的选择提供了参考。

参考文献

- 1 Chinese Pharmacopoeia Commission (国家药典委员会). Pharmacopoeia of the People's Republic of China (中华人民共和国药典). Beijing: China Medical Science Press, 2015. Vol I, 153-154.
- 2 Zhou QQ(周秋秋), Ren WM(任谓明), Wang YH(王艳红), et al. Research progress on processing drugs methods, chemical composition and pharmacological activity of red ginseng. *Shanghai J Tradit Chin Med* (上海中医药杂志), 2016;97-100.
- 3 Liu D(刘丹), Pu SB(濮社班), Qian SH(钱士辉), et al. Chemical constituents of Chinese red ginseng. *Chin J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2011,36:462-464.
- 4 Xu SX(徐绥绪), Wang NL(王乃利), Li YH(李英辉). Chemical constituents of Chinese red ginseng (II). *Acta Pharm Sin* (药学报), 1986(5).
- 5 Zhan Y(詹榭), Xu XH(徐新华), Jiang YP(江亚平), et al. Effect of ginsenoside on myocardial ischemia reperfusion injury. *Natl Med J China* (中华医学杂志), 1994:625-628.
- 6 Liu M(刘恣), Zhang JT(张均田). Effects of Ginsenoside Rg1 on Immune Function in Aged Rats. *Acta Pharm Sin* (药学报), 1995:818-823.
- 7 Zhang Y(张艳). The studies of ginsenoside Rg3 on anti-fatigue Effect. Jinli: Jinlin University, MSc., 2007.
- 8 Li HW(李慧文), Han CJ(韩春姬), Hong XD(洪喜道), et al. The effect on immune function of red ginseng polysaccharide extract in immunosuppressed mice. *J. Agric. Sci. Yanbian Univ* (延边大学农学学报), 2012, 34:330-333.
- 9 He YL(贺云龙), Zhao CB(赵春波), E MY(鄂明艳), et al. Advance of research on mechanism of antitumour action of ginsenoside Rg3. *Progress in Modern Biomedicine* (现代生物医学进展), 2013, 13:3397-3400.
- 10 Zhang XP(张晓平), Ma DL(马大龙), Chen XM(陈新梅). A review on the anti-tumor effects and mechanism of ginsenoside Rg3. *China Licensed Pharmacist* 中国执业药师, 2012, 09(11):52-56.
- 11 Tao LH(陶丽华), Liu HY(刘红岩), Han R(韩锐). Inhibitory effect of 20(R)-ginsenoside Rh2 on B16 melanoma metastasis. *Liaoning J Tradit Chin Med* (辽宁中医杂志), 2006, 33:1505-1506.
- 12 Zhao JQ, et al. Antioxidants and α -glucosidase inhibitors from "Liucha" (young leaves and shoots of *Sibiraea laevigata*). *Food chem*, 2017, 230:117-124.
- 13 Avo J, et al. Design and synthesis of photoactive ionic liquids. *Org Lett*, 2014, 16:2582-2585.
- 14 Salum ML, et al. Photoisomerization of Ionic liquid ammonium cinnamates: one-pot synthesis-isolation of Z-cinnamic acids. *Org Lett*, 2010, 12:4808-4811.
- 15 Galamb V, et al. A convenient method for the conversion of trans to cis-cinnamic acids. *Tetrahedron Lett*, 1983, 24:2965-2968.
- 16 Karthikeyan S, et al. Templating photodimerization of trans-cinnamic acid esters with a water-soluble Pd nanocage. *J Org Chem*, 2007, 72:452-458.

(上接第439页)

- 56 Fatima M, et al. New neolignan glucoside and new biphenyl ether lignan from the fruits of *Cordia latifolia*. *Chem Nat Compd*, 2017, 53:432-435.
- 57 Alves H, et al. Isolation of monoterpene dihydrochalcones from *Piper montealegreanum* Yuncker (Piperaceae). *Molecules*, 2017, 22:874-885.
- 58 Wu XW, et al. Anti-inflammatory phenolic acid esters from the roots and rhizomes of *Notopterygium incisum* and their permeability in the human caco-2 monolayer cell model. *Molecules*, 2017, 22:935-944.
- 59 Wang ZG, et al. A new cinnamic acid glycoside from roots of *Heracleum dissectum*. *Nat Prod Res*, 2017, 1-8. DOI: 10.1080/14786419.2017.1340285.