

DOI:10.19403/j.cnki.1671-1521.2017.05.002

从人参中快速批量分离提取人参皂苷 Rc、Rd 及 Rb₁、Rb₂ 有效组分的方法

徐芳菲,郭畅冰,谢丽娟,王国明,李 蕾,王和宇
(吉林人参研究院·吉林 长春·130033)

摘 要:目的 从人参中快速批量分离提取人参皂苷 Rc、Rd 及 Rb₁、Rb₂ 有效组分。方法 人参提取总皂苷后,再经硅胶柱分离纯化。结果 分离获得纯度达 90%以上的人参皂苷 Rc、Rd,以及 Rb₁、Rb₂ 有效组分。结论 此法适合于批量分离提取人参皂苷 Rc、Rd 及 Rb₁、Rb₂ 有效组分
关键词:人参皂苷 Rc、Rd;Rb₁、Rb₂ 有效组分;人参;提取分离

TFast Batch Separation and Extraction Ginsenoside Rc、Rd、Ginsenoside Rb₁、Rb₂ from Ginseng

XU Fang-fei,Guo Changbing,Xie Lijuan,Wang Guoming,Li Lei,Wang Heyu
(Jilin Ginseng Research Institute,Jilin Changchun 130033,China)

Abstract:Objective: To study separating and extracting Ginsenoside Rc、Rd、Ginsenoside Rb₁、Rb₂ from Ginseng. Method: After total saponins were extracted from Ginseng,they were separated and purified by silica gel column.Results: Separated and extracted 90% purity of Ginsenoside Rc、Rd、Ginsenoside Rb₁、Rb₂. Conclusion: The method is suitable for separating and extracting ginsenoside Rc、Rd、Ginsenoside Rb₁、Rb₂ from Ginseng.
Keywords:Ginsenoside Rc、Rd、Ginsenoside Rb₁、Rb₂;Ginseng;separation and extraction

人参为五加科植物人参 (*Panax ginseng* C. A. Meyer) 的干燥根和根茎,始载于《神农本草经》,具有大补元气,复脉固脱,补脾益肺,生津养血,安神益智之功效[1]。人参是驰名中外的名贵药材、吉林省道地药材,在吉林省的中药产业中占有举足轻重的地位。人参皂苷是人参的主要有效成分之一,约占人参总质量的 4%[2~3]。文献报道,现已从人参中分离、鉴定了 40 余种人参皂苷类化合物[4~7]。但目前人参单体皂苷的分离、纯化方法,主要采用反复多次柱层析法、制备液相色谱法,从总皂苷中分离获得。前者费时、繁琐,一般需要多次反复过柱获得;后者消耗大量溶剂、成本较高,且仅适于实验室少量制备。本文采用常规方法从人参中提取总皂苷,然后通过分组分离的方法进行初步分段后,再利用硅胶柱层析法,一次性获得纯度达 90%以上的人参皂苷 Rc、Rd 以及 Rb₁、Rb₂ 有效组分,使分离步骤简化、时间缩短,更适用于批量制备。

1 仪器与试剂

UltiMate 3000 高效液相色谱仪 (Thermo Fisher Scientific);BT125D 型电子分析天平 (赛多利斯科学仪器(北京)有限公司)

乙腈为色谱纯;水为超纯水,其它试剂为分析纯;层析用硅胶 H 300~400 目 (青岛海洋化工厂);硅胶 G 薄层板 (青岛海洋化工厂)。

人参:采购于吉林省通化地区;对照品:人参皂苷 Rb₁、Rb₂、Rc、Rd 由吉林大学化学学院提供 (归一化法检测,含量>98%)。

2 实验方法与结果

2.1 人参总皂苷的制备及分组分离

取干燥人参,加水煎煮三次,依次为 2.5、2.0、1.5 小时,合并煎液,滤过,滤液经大孔树脂柱吸附,先以水洗脱,继用 80%乙醇洗脱至无色,收集乙醇洗脱液,回收乙醇至流浸膏状,加入 4 倍量的 95%乙醇,静置 24 小时,滤过,残渣再以 95%乙醇溶液洗 2 次,洗液与滤液合并后,回收乙醇至相对密度为 1.05~1.10 (20℃),喷雾干燥,得人参总皂苷。人参总皂苷采用沉

基金项目:吉林省行业科研专项经费,建立快速制备人参单体皂苷的方法研究。

作者简介:徐芳菲,女,工程师,主要从事植物分离、纯化研究。

淀法进行分组,分别得到样品 A 组与样品 B 组。

2.2 硅胶柱层析法分离与纯化

取分组后样品 A 组 40g,加乙醇溶解后,吸附于 80g 硅胶 H 中,挥干乙醇,粉碎,备用。取硅胶 H (300~400 目)2kg,装柱(10.5×90cm),进行柱层析分离。以正丁醇:乙酸乙酯:水=4:1:2(上层溶液)为洗脱剂,500ml 为一个流份,共收集 50 个流份,薄层板跟踪鉴定,合并同类项,减压蒸干,分别得人参皂苷 Rc、Rd 以及 Rb₁、Rb₂ 有效组分。经 HPLC 测定人参皂苷 Rc、Rd 的含量≥90%,见图谱 1、2,薄层图见图 3。

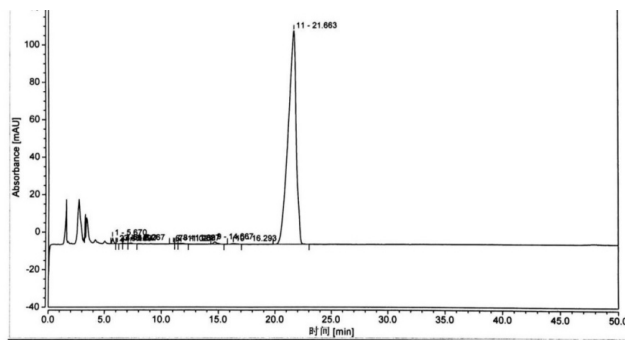


图 1 人参皂苷 Rd HPLC 色谱图

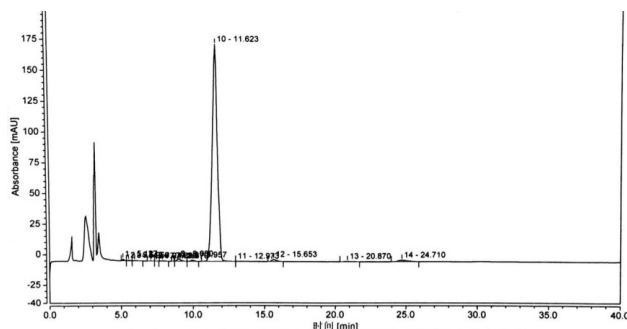
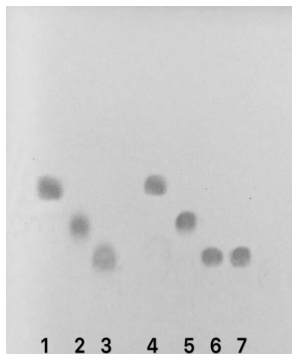


图 2 人参皂苷 Rc HPLC 色谱图



1.人参皂苷 Rd 流份 2.人参皂苷 Rc 流份 3.人参皂苷 Rb₁、Rb₂ 流份 4.人参皂苷 Rd 对照品 5.人参皂苷 Rc 对照品 6.人参皂苷 Rb₂ 对照品 7.人参皂苷 Rb₁ 对照品

图 3 薄层色谱图

3 结果与讨论

3.1 人参总皂苷的分组,实验采用大孔树脂法、溶剂萃

取法以及沉淀法进行比较[8],以薄层板进行监控。结果表明,溶剂萃取法耗时费力,采用的溶剂为乙醚、氯仿、乙酸乙酯、正丁醇等,污染较大,不易大量制备,且薄层板监测各部分重合斑点比较多;大孔树脂法分段界限不明显,各段重合的部分较大,溶剂含水较多不易回收;沉淀法相对以上两种方法易于操作,分段较好,更易于下一步分离、纯化。

3.2 样品 A 组的主要成分为人参皂苷 Rb₁、Rb₂、Rc、Rd 等,采用正丁醇:乙酸乙酯:水=4:1:2(上层溶液)为展开剂,通过一次硅胶柱层析,以薄层板监测,结果表明人参皂苷 Rc、Rd 与杂质可明显分离开,并分别为规则的单一紫红色斑点,Rf 值分别为 0.4、0.5,人参皂苷 Rb₁、Rb₂ Rf 值相同为 0.3,因此该洗脱剂,可得到人参皂苷 Rc、Rd 以及人参皂苷 Rb₁、Rb₂ 有效组分。薄层照片见图 3。

4 结论

从人参总皂苷中分组得到二醇组皂苷,然后经一次硅胶柱层析柱,以正丁醇:乙酸乙酯:水=4:1:2(上层溶液)为洗脱剂,得到纯度≥90%的人参皂苷 Rc、Rd 以及人参皂苷 Rb₁、Rb₂ 有效组分。该方法分离步骤简化,时间缩短,适合于快速批量制备及生产。

参 考 文 献

- [1] 国家药典委员会.中华人民共和国药典[M].一部.北京:化学工业出版社,2015,8~9.
- [2] 杨雨,郑斯文,金银萍,等.人参皂苷的提取分离方法研究进展[J].江苏农业科学,2014,40(5):214~217.
- [3] 张晶,陈全成,张晓杰,等.不同提取方法对人参皂苷提取率的影响[J].吉林农业大学学报,2003,25(1):71~72.
- [4] 董微,郜玉刚,何忠梅,等.人参中人参皂苷提取分离研究进展[J].食品工业科技,2014,17:366~369.
- [5] 申书昌,孙秀佳,唐晓慧,等.人参茎叶化学成分研究[J].齐齐哈尔大学学报,2008,24(3):43~46.
- [6] 张萍,王金东,肖新月,等.人参化学成分分析方法的研究进展[J].中草药,2004,35(12):1429~1432.
- [7] 葛灵利,等.人参研究进展[J].世界最新医学信息文摘,2003,13(11):109~110.
- [8] 王筋,袁崇均,陈帅,等.大孔吸附树脂和丙酮沉淀分离纯化西洋参中人参二醇类和三醇类皂苷[J].四川中医,2007,25(10):31~33.