

# 白粉玉簪甾体皂苷提取方法研究

徐 金<sup>1,2</sup>, 李晓东<sup>2</sup>, 刘洪章<sup>1</sup>, 张金政<sup>2</sup>

(1. 吉林农业大学 生命科学院, 吉林 长春 130118; 2. 中国科学院 植物研究所 植物园, 北京 100093)

**摘 要:**通过单因素实验(乙醇浓度、料液比、温度、超声时间、超声功率)和正交实验选取最适甾体皂苷提取条件。结果表明:白粉玉簪甾体皂苷最佳提取条件为乙醇浓度 55%, 料液比 1:22, 温度 50℃, 超声时间 55 min, 超声功率 90 W。

**关键词:**白粉玉簪; 甾体皂苷; 提取

**中图分类号:**S 682.1<sup>+</sup>9 **文献标识码:**B **文章编号:**1001-0009(2012)01-0060-03

玉簪属(*Hosta*)植物为百合科多年生宿根草本花卉,具有较高的观赏价值和药用价值<sup>[1-2]</sup>。该属植物分布于亚洲温带和亚热带地区,主要原产于中国、韩国和日本。该属共有 3 个亚属 10 个组 43 个原始种,我国原产的玉簪属植物有玉簪(*Hosta*)、紫萼玉簪(*Hosta ventricosa*)、东北玉簪(*Hosta ensata*)和白粉玉簪(*Hosta albofarinosa*)4 个原始种<sup>[3]</sup>。其中白粉玉簪因全株有白粉而得名,主要分布于我国安徽省。

玉簪属植物根中的化学成分主要包括黄酮类、甾体皂苷类和生物碱类。其中甾体皂苷是一类极性较强的大分子化合物,不容易结晶,易溶于水和醇,是自然界中分布很广的一类天然有机化合物。Yoshihior 等<sup>[4]</sup>从长柄玉簪(*H. Longipes*)根部甲醇提取物的正丁醇萃取物中,分离得到 12 个化合物。Yoshihior 等<sup>[5]</sup>用甲醇对蓝粉皂苷(*H. sieboldii*)的根进行提取,并用正丁醇对提取物进行萃取,从中分离出 18 个甾体皂苷,其中 6 个是新皂苷,包括吉托皂苷元、剑麻皂苷元、海柯皂苷元、门诺皂苷元、新吉托皂苷元、龙舌兰皂苷元等。Kenichi 等<sup>[6]</sup>从 *Hosta montana* 甲醇提取部分中鉴定出 5 种甾体皂苷元,分别为剑麻皂苷元、龙舌兰皂苷元、9-去氢海柯皂苷元、吉托皂苷元、新吉托皂苷元、门诺皂苷元。

传统的皂苷提取方法主要包括溶剂法和沉淀法,但是提取分离有效组分的量以及纯化的程度都相对较低。除此之外还有超临界萃取法、超声波萃取法等。超声提取很适用于对热敏感、在较高温度易被酶水解破坏的有效成分,如皂苷等成分的提取。超声波破碎细胞过程是一个物理过程,提取过程中无化学反应,也无需加热,被浸提的具有生物活性的物质,其生物活性保持不变<sup>[7]</sup>,同时提高了破碎速度,缩短了破碎时间,提取效率大大提高,超声提取天然药物有效成分具有周期短、成本低、不破坏活性成分等显著优点,具有很好的应用前景。

在超声法与常规法对部分中药苷类成分提取率的比较中,用常规法得黄芩中黄芩苷得率为 1.85%,而超声法得率 3.48%;提取天麻中天麻素常规法得率为 0.62%,而超声法得率为 1.31%;常规法得到穿山龙中薯蓣皂苷得率为 1.85%,而超声法得率为 2.33%<sup>[8]</sup>。在用超声提取对西洋参总皂苷进行含量测定时,超声 15 min 的提出率与索氏提取 6 h 的一致<sup>[9]</sup>,但超声提取取样量小,所用溶剂少,检验周期短<sup>[10]</sup>。应用超声波提取白头翁总皂苷,操作程序大大简化,缩短了提取时间,提高了产品的产量和纯度,改造了既繁琐费时又耗能的常用提取法<sup>[11]</sup>。现采用超声萃取的方法,通过单因素实验及正交实验,探讨白粉玉簪甾体皂苷的最佳提取条件。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

白粉玉簪,采自中国科学院植物研究所,根部晒干,粉碎过 40 目筛;无水乙醇、石油醚、正丁醇,均为分析纯。仪器与设备:RE-52C 旋转蒸发仪(上海青浦沪西仪器

**第一作者简介:**徐金(1986-),男,在读硕士,研究方向为经济作物资源。E-mail: xujin19861022@163.com。

**责任作者:**刘洪章(1957-),男,博士,教授,博士生导师,研究方向为作物资源。E-mail: lhz@163.com。

**基金项目:**中国科学院植物研究所资助项目(KSCX2-EW-B-02)。

**收稿日期:**2011-10-10

**Abstract:** The correlation relation between sweetness and sucrose, reducing sugars and soluble sugars in 12 fruits was discussed to establish the best evaluation index of sweetness. The results indicated that the soluble sugars showed a best correlation with sweetness ( $R^2=0.9740$ ), the soluble sugars could reflect the sweetness properly. The proposed model was verified by watermelon, naval orange or Nanguo pear. The results indicated that the soluble sugars showed a best correlation with sweetness ( $R^2=0.9991\sim0.9996$ ). This hinted that the soluble sugars could reflect the sweetness properly with accurate and widespread applicability.

**Key words:** sucrose; reducing sugars; soluble sugars; sweetness

厂)、超声波清洗仪(昆山市超声仪器有限公司)、SHB-III 循环水式真空泵(上海豫康科技仪器设备有限公司)、UV1800 紫外分光光度计(日本岛津)等。

## 1.2 试验方法

**1.2.1 标准曲线的制作** 准确称取薯蓣皂苷标准品 100 mg,用 70%乙醇溶解并定容至 100 mL。分别取上述标准溶液 0.10、0.15、0.20、0.25、0.30、0.35 和 0.40 mL,再用 70%的乙醇定容至 10 mL,浓度分别为 0.010、0.015、0.020、0.025、0.030、0.035 和 0.040 mg/mL。以 70%乙醇为空白,在波长 277 nm 下,用紫外分光光度计分别测 OD 值,绘制标准曲线<sup>[12]</sup>。

**1.2.2 单因素实验** 准确称取白粉玉簪根部粉末 2 g,从乙醇浓度、料液比、温度、超声时间、超声功率 5 个方面进行单因素实验,通过测得的 OD 值与标准曲线的比较,确定最佳的提取条件。超声功率试验:设定 7 组平行试验,分别称取 2 g 粉末,加入 70%乙醇 30 mL,分别用 40、50、60、70、80、90、100 W 超声功率,在 60℃ 下进行超声提取 20 min,过滤,稀释,并测每组的 OD 值,将 OD 值代入标准曲线换算成提取率。温度试验:设定 7 组平行试验,分别称取 2 g 粉末,加入 70%乙醇 30 mL,分别在 20、30、40、50、60、70、80℃ 下,100 W 超声功率下处理 20 min,过滤,稀释,测每组 OD 值,并将 OD 值代入标准曲线换算成提取率。料液比试验:设定 7 组平行试验,分别称取 2 g 粉末,分别按照料液比 1:5、1:10、1:15、1:20、1:25、1:30、1:35 加入 70%乙醇,在 100 W 超声功率,60℃ 下处理 20 min,过滤,稀释,测每组 OD 值,并将 OD 值代入标准曲线换算成提取率。超声时间试验:设定 7 组平行试验,分别称取 2 g 粉末,加入 70%乙醇 30 mL,在 100 W 超声功率,60℃ 下分别处理 10、20、30、40、50、60、70 min,过滤、稀释,测其 OD 值,并将 OD 值代入标准曲线换算成提取率。乙醇浓度试验:设定 7 组平行试验,分别称取 2 g 粉末,分别加入 30%、40%、50%、60%、70%、80%、90%乙醇 30 mL,在 60℃,100 W 超声功率下处理 20 min,过滤,稀释,并测每组的 OD 值,并将 OD 值代入标准曲线换算成提取率。

**1.2.3 正交实验** 在单因素试验的基础上,采用  $L_{16}(4^5)$  正交表(表 1)进行正交实验,对提取白粉玉簪根部甾体皂苷的条件进行优化。

表 1 正交实验因子及水平

水平	A 乙醇浓度 /%	B 料液比	C 超声温度 /℃	D 超声时间 /min	E 超声功率 /W
1	40	1:18	40	40	60
2	45	1:20	45	45	70
3	50	1:22	50	50	80
4	55	1:24	55	55	90

## 2 结果与分析

### 2.1 标准曲线

图 1 为薯蓣皂苷标准曲线。回归方程为:  $Y = 0.0391X - 0.0017$ , 相关系数  $r = 0.9996$ 。

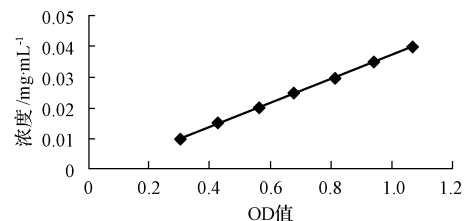


图 1 薯蓣皂苷标准曲线

### 2.2 单因素实验

**2.2.1 超声功率对甾体皂苷提取率的影响** 从图 2 可看出,在功率 60~90 W 范围内,薯蓣皂苷提取率呈上升趋势,90 W 功率最大,则取超声功率为 60、70、80 与 90 W,作正交实验的 4 个水平,进行进一步优化实验。

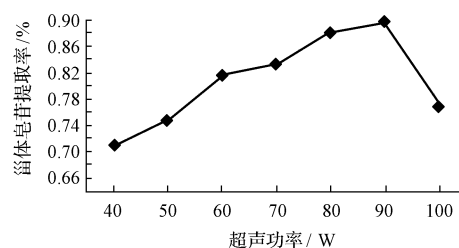


图 2 不同功率下的甾体皂苷提取率

**2.2.2 温度对甾体皂苷提取率的影响** 由图 3 可看出,温度在 40~50℃ 范围内,薯蓣皂苷提取率明显升高,在 50℃ 时达到最高,选取温度为 40、45、50、55℃ 作正交实验的 4 个水平,进行进一步优化实验。

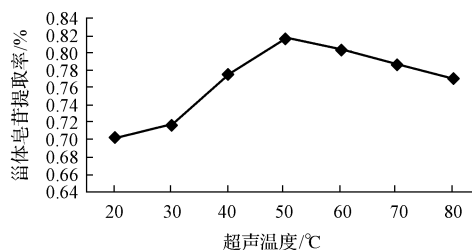


图 3 不同温度下的甾体皂苷提取率

**2.2.3 料液比对甾体皂苷提取率的影响** 由图 4 可看出,在料液比 1:5~1:20 范围内,随着料液比的增加,薯蓣皂苷提取率逐渐增加,在料液比为 1:20 时达到最大值,随后则随着料液比的增加,提取率逐渐降低。于是选取料液比为 1:18、1:20、1:22 与 1:24 作正交实验的 4 个水平,进行进一步优化实验。

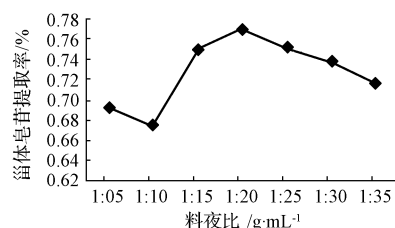


图 4 不同料液比下的甾体皂苷提取率

**2.2.4 超声时间对甾体皂苷提取率的影响** 由图 5 可看出,提取时间在 40~50 min 范围内,薯蓣皂苷提取率

成呈明显升高趋势,50 min 时达到最大,然后随着时间的增加提取率明显下降。因此,选取超声时间为 40、45、50 与 55 min 作正交实验得 4 个水平,进行进一步优化实验。

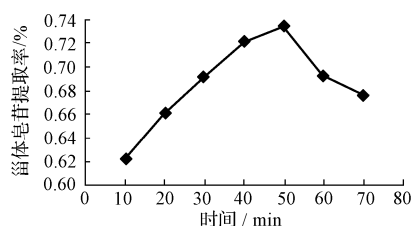


图 5 不同超声时间下的甾体皂苷提取率

2.2.5 乙醇浓度对提取的影响 由图 6 可看出,乙醇浓度在 40%~50% 浓度范围内,甾体皂苷提取率呈升高趋势,而后则随着乙醇浓度的增加提取率逐渐降低。因此,选取乙醇浓度为 40%、45%、50%、55% 作正交实验 4 个水平,进行进一步优化实验。

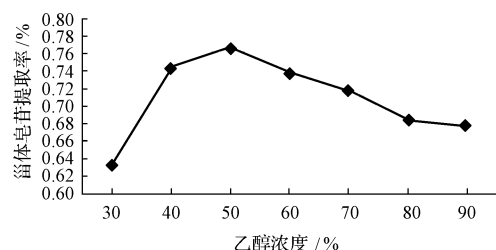


图 6 不同乙醇浓度下的甾体皂苷提取率

### 2.3 正交实验

由表 2 可知,各因素的极差值(R)的大小顺序为 A>B>D>E>C,说明影响甾体皂苷提取率的因素顺序为乙醇浓度>料液比>超声时间>超声功率>超声温度。从正交实验表中的甾体皂苷提取率并结合实际操作情况,最终确定最佳总皂苷提取条件为 A<sub>4</sub>B<sub>3</sub>C<sub>3</sub>D<sub>4</sub>E<sub>4</sub>,即 A<sub>4</sub>(乙醇浓度 55%)、B<sub>3</sub>(料液比 1:22)、C<sub>3</sub>(温度 50℃)、D<sub>4</sub>(超声时间 55 min)、E<sub>4</sub>(超声功率 90 W)。

### 3 小结

结合单因素试验及正交实验结果,超声提取白粉玉簪根部甾体皂苷的最佳条件为乙醇浓度 55%,料液比 1:22,温度 50℃,超声时间 55 min,超声功率 90 W。该提取方法较传统方法大大缩短时间,提高效率。

表 2 正交实验结果

序号	A	B	C	D	E	甾体皂苷提取率 / %
1	1	1	1	1	1	0.676
2	1	2	2	2	2	0.684
3	1	3	3	3	3	0.739
4	1	4	4	4	4	0.781
5	2	1	2	3	4	0.765
6	2	2	1	4	3	0.656
7	2	3	4	1	2	0.747
8	2	4	3	2	1	0.711
9	3	1	3	4	2	0.711
10	3	2	4	3	1	0.698
11	3	3	1	2	4	0.721
12	3	4	2	1	3	0.645
13	4	1	4	2	3	0.742
14	4	2	3	1	4	0.753
15	4	3	2	4	1	0.831
16	4	4	1	3	2	0.778
K <sub>1</sub>	0.720	0.701	0.708	0.705	0.729	
K <sub>2</sub>	0.697	0.698	0.709	0.714	0.730	
K <sub>3</sub>	0.693	0.759	0.742	0.723	0.696	
K <sub>4</sub>	0.776	0.729	0.742	0.745	0.732	
R	0.083	0.061	0.034	0.040	0.036	

### 参考文献

- [1] 李时珍. 本草纲目[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1977: 115-116.
- [2] 孙惠民, 王志彦. 园林中重要的阴生花卉-晶莹素雅玉簪花[J]. 河北林业科技, 2005, 8(4): 121.
- [3] 余树勋, 康晓静, 余晓东. 玉簪花[M]. 北京: 中国建工出版社, 2003: 2-5.
- [4] Yoshihirom, Minpeikuroda. Steroidal saponins from *Hosta longipes* and their inhibitory activity on tumourpromoter induced phospholipidmetabolism of HeLa Cells[J]. Phytochemistry, 1996, 42(4): 1065-1070.
- [5] Yoshihirom M, Kuroda M. Steroidal saponins from the rhizomes of *Hosta Sieboldii* and their cytostatic activity on HL-60 cells[J]. Phytochemistry, 1998, 48(8): 1361-1369.
- [6] Kenichi T, Tameto O, Hitoshi M, et al. Studies on the steroidal components of domestic plants. XLV. Constituents of domestic plants[J]. Chemical Pharmaceutical Bulletin, 1964, 21(7): 779-783.
- [7] 丁平. 一种值得研究和开发的资源植物-胡芦巴[J]. 中国野生植物资源, 1999, 18(2): 17-19.
- [8] 郭孝武. 超声与常规法对部分中药苷类成分提取率的比较[J]. 中国医药工业杂志, 1998, 29(2): 51-54.
- [9] 王锋敏. 超声波在植物有效成分提取中的应用[J]. 三明高等专科学校校报, 2002, 19(4): 52.
- [10] 闻平, 朱秀荣, 王桂媛, 等. 西洋参含量测定的改进[J]. 中医药信息, 1997(2): 16.
- [11] 林翠英, 张岩, 年长风, 等. 提制白头翁皂苷的新方法[J]. 天津药学, 1999, 11(2): 31.
- [12] 王昌利, 张振光, 杨景亮, 等. 超声提高薯蓣皂苷得率的实验研究[J]. 中成药, 1994(4): 7.

## Attempt to Study on Method of Ultrasonic Extraction of Steroidal Saponins from *Hosta albofarinosa*

XU Jin<sup>1,2</sup>, LI Xiao-dong<sup>2</sup>, LIU Hong-zhang<sup>1</sup>, ZHANG Jin-zheng<sup>2</sup>

(1. College of Life Science, Jilin Agricultural University, Changchun, Jilin 130118; 2. Beijing Botanical Garden Institute of Botany, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100093)

**Abstract:** The best condition about steroidal saponins exstraction was chosen by single factor(ethanol concentration, solid to liquid ratio, extraction temperature, ultrasonic time, ultrasonic extraction rate) and orthogonal experiments. The results showed that the optimum condition of ultrasonic extraction were; ethanol concentration 55%, solid to liquid ratio 1:22, extraction temperature 50℃, ultrasonic time 55 min, ultrasonic extraction rate 90 W.

**Key words:** *Hosta albofarnosai*; steroidal saponin; extraction