

# 乙醇回流法提取槐米中芦丁最佳条件探索

雷燕妮, 张小斌

(商洛学院 生物医药与食品工程学院、中国中医科学院商洛中药材 GAP 科研工程中心 陕西商洛 726000)

**摘要:**为了优选槐米中芦丁的最佳提取条件,本文采用乙醇回流提取法进行提取,以提取温度、溶剂浓度、溶媒量和提取时间为考察因素,芦丁的提取率为检测指标,探索其对芦丁提取率的影响。实验结果表明:最优条件是 60℃下,60%的乙醇回流 2h,2 倍溶媒量提取时得率最高。该提取条件可为以中药槐米中芦丁为原料的制剂生产提供一定的实验依据,同时提取方法简单、操作方便、环保,提取效果高,值得推广应用。

**关键词:**提取条件;芦丁提取率;回流提取法

槐米为豆科植物槐树(*sophora japonical*)的花蕾,具有清热、凉血、止血的功效。现代医学表明,槐米中主要含有芦丁、槲皮素和粘液质等,其中芦丁是有效成分。芦丁(Rutin),又名芸香苷,属黄酮类化合物<sup>[1]</sup>。芦丁及其衍生物具有广泛的药理活性,能够最大程度降低血管的通透性,减少血管内皮的损失程度,还有抗炎、利尿乃至降脂的功效,在临床可治疗各种出血类疾病,主要有脑出血、视网膜出血、急性出血性肾炎等<sup>[2,3]</sup>。目前因为人们工作压力、饮食习惯的改变,我国心脑血管不良事件的发生率呈现逐年升高的趋势,且死亡率极高。故寻找防治心脑血管疾病的中药产品就渐渐被大家所关注。黄酮类化合物在心脑血管疾病的治疗上疗效显著,芦丁便是其中的一个典型代表。关于芦丁的提取方法众多,如水提法、醇提法、碱溶酸沉法、微波法<sup>[4]</sup>等,其中乙醇回流法<sup>[5]</sup>操作条件要求低、能耗少,方法简单,多年来一直被视为实验室提取芦丁较理想的方法之一。本课题研究的内容就是在前人已有的醇提法提取芦丁的工艺基础上,进行提取工艺最佳条件的探索,提出合理化建议,为芦丁提取工业化提供科学参考。

## 1 实验仪器和试剂

### 1.1 主要仪器

R-1002 型旋转蒸发器(郑州长城科工贸有限公司);DHG-9123A 型电热恒温鼓风干燥箱(上海齐欣科学仪器有限公司);SHZ-D(III)循环水式真空泵(子华仪器有限责任公司);电子分析天平;恒温水浴锅;回流装置等。

### 1.2 主要试剂

新鲜的槐米(于 2015 年 4 月 15 日采自商洛学院操场旁),经商洛学院生物医药工程系制药工程教研室鉴定为豆科植物槐树(*sophora japonical*)的花蕾;乙醇;0.8%碳酸氢钠溶液;硼砂溶液;饱和石灰水;盐酸(试剂均为分析纯)。

## 2 实验方法

### 2.1 实验流程

槐米(预处理)粉碎(过 80 目药筛)→槐米粗粉→加 0.8%碳酸氢钠,乙醇回流提取→滤液→减压浓缩、回收溶剂→浓缩液→加等量蒸馏水、调 pH 至 7→冷却、烘干、计算得率→实验结束→结果分析→得出结论。

### 2.2 实验方法

2.2.1 槐米的预处理 槐米采摘后尽快用高温 110℃进行杀青(杀死芸香酶活性),60℃烘干至恒重,粉碎、研细,得槐米粗粉备用<sup>[6]</sup>。

2.2.2 芦丁的提取 乙醇回流法提取槐米中的芸香苷:取槐米 10 g,粉碎、研磨充分,加碳酸氢钠和乙醇 100 mL 于回流装置中,加热,待芦丁溶解出来后,取出过滤,在旋转蒸发器上减压浓缩,回收溶剂,至粘稠状时,加入等量的蒸馏水及 2%的活性炭,调节 pH 至 7.5-8,加热煮沸 20 min,趁热过滤,滤液调 pH 至 7,自然冷却,结晶析出,烘干,称重并计算芦丁提取率。

2.2.3 芦丁的鉴定 镁粉-盐酸反应:取实验提取的芦丁 1 mg,加乙醇 2 mL,在水浴锅上加热溶解,加镁粉约 50 mg,滴加数滴浓盐酸,溶液由黄色渐变成红色者表示有黄酮类化合物。

收稿日期:2017-04-18 修回日期:2017-05-21

基金项目:陕西省科技计划项目(2015SF084)。

第一作者简介:雷燕妮(1982-),女,陕西商洛人,理学硕士,商洛学院生物医药工程与食品工程学院、中国中医科学院商洛中药材 GAP 科研工程中心副教授,目前主要从事天然药物的研究与应用。

### 2.3 方法考察

2.3.1 提取温度的考察 测定最佳提取温度时,控制乙醇浓度为60%,2倍溶媒量,乙醇回流2h,给予不同的反应温度,重复三次试验,得平均数据(见表1、图1)。

2.3.2 乙醇浓度的考察 测定最佳乙醇浓度时,控制反应温度为最佳反应温度,2倍溶媒量,乙醇回流2h,给予不同的乙醇浓度,重复三次试验,得平均数据(见表2、图2)。

2.3.3 溶媒量的考察 测定最佳溶媒量时,控制反应温度、乙醇浓度为最佳,回流时间2h,给予不同的溶剂倍数,重复三次试验,得平均数据(见表3、图3)。

2.3.4 提取时间的考察 测定最佳提取时间时,控制反应温度、乙醇浓度、溶剂倍数为最佳,给予不同的提取时间,重复三次试验,得平均数据(见表4、图4)。

2.3.5 粗芦丁提取率的计算

$$Y(\%) = \frac{N_1}{N_2} \times 100\%$$

Y:表示芦丁的提取率;N<sub>1</sub>:表示芦丁的含量;N<sub>2</sub>:表示槐米的总量。

## 3 结果与分析

### 3.1 影响因素的考察结果

#### 3.1.1 提取温度的考察结果

表1 提取温度对芦丁提取率的影响

温度/℃	提取率/%			平均值
	1	2	3	
50	8.13	7.63	7.90	7.89
60	8.24	8.17	8.23	8.21
70	8.22	8.16	8.12	8.17
80	8.13	8.18	8.22	8.18

#### 3.1.2 乙醇浓度的考察结果

表2 乙醇浓度对芦丁提取率的影响

乙醇浓度/%	提取率/%			平均值
	1	2	3	
20	1.83	2.32	2.68	2.28
40	4.96	5.32	5.71	5.33
60	7.76	8.12	8.45	8.11
80	7.65	8.47	7.99	8.03

#### 3.1.3 溶媒量的考察结果

表3 溶媒量对芦丁提取率的影响

溶媒量/N	提取率/%			平均值
	1	2	3	
1	4.10	4.13	4.21	4.15
2	7.32	7.65	8.08	7.68
3	7.65	8.13	8.27	8.02
4	7.93	8.07	8.11	8.04

#### 3.1.4 提取时间的考察结果

表4 提取时间对芦丁提取率的影响

提取时间/h	提取率/%			平均值
	1	2	3	
1	4.02	4.32	4.43	4.25
2	7.79	8.32	8.26	8.12
3	7.85	7.93	8.36	8.04
4	7.40	7.94	8.25	7.86

## 3.2 结果分析

#### 3.2.1 提取温度对芦丁提取率的影响

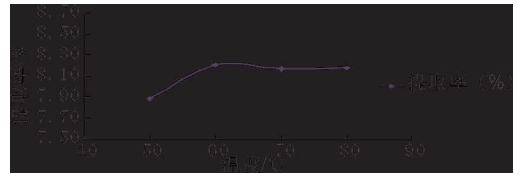


图1 不同提取温度对芦丁提取率的影响

分别在50℃、60℃、70℃、80℃下,用60%的乙醇、2倍溶媒量对10g槐米进行回流提取2h,重复3次取平均值。结果表明:60℃效果最好,以后随着温度的不断增加对芦丁的提取率影响不大。

#### 3.2.2 乙醇浓度对芦丁提取率的影响

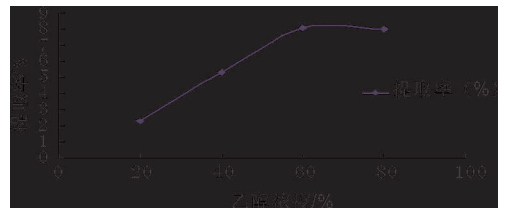


图2 不同乙醇浓度对芦丁提取率的影响

分别采用20%、40%、60%、80%等四种浓度的乙醇以2倍溶媒量分别对10g槐米进行提纯,时间为2h,并且重复三次,取三者平均值。我们发现,乙醇浓度对槐米中芦丁的影响非常显著(如上图所示),且20%的乙醇提取的芦丁最少,并与浓度呈正相关。(20%~60%的范围内)

(下转第59页)