

## 复方多花黄精中多糖和荷叶碱醇提工艺的研究

刘跃钧<sup>1\*</sup>, 温慧萍<sup>2</sup>, 蒋燕锋<sup>1</sup>, 戴德雄<sup>3</sup>, 谢建秋<sup>1</sup>, 朱虹<sup>1</sup>, 朱婷<sup>3</sup>, 葛永金<sup>1</sup>

<sup>1</sup>丽水市林业科学研究院; <sup>2</sup>丽水学院; <sup>3</sup>浙江维康药业股份有限公司, 丽水 323000

**摘要:** 研究探讨复方多花黄精中多糖和荷叶碱的提取工艺, 试验采用 3 因素 3 水平正交设计方案, 考察了醇提对多糖和荷叶碱含量的影响。结果表明: 复方多花黄精中, 多糖含量和荷叶碱醇提的最佳工艺为: 100 目药材粉碎→75% 酒精加热回流浸提 2 h, 此工艺条件下, 250 g 干药材粉, 可得干浸膏 40.51 g, 黄精多糖干重得率 60.00%, 荷叶碱干重得率 0.3417 mg/g; 影响醇提多糖干重的试验因素主次序为: 药材粉碎 > 酒精浓度 > 浸提时间; 影响醇提荷叶碱干重的试验因素主次序为: 药材粉碎 > 浸提时间 > 酒精浓度。

**关键词:** 多花黄精复方; 多糖; 荷叶碱; 醇提; 工艺

中图分类号: R932

文献标识码: A

DOI: 10.16333/j.1001-6880.2017.S.023

## Ethanol Extraction Technology for Polysaccharide and Nuciferine from Compound *Polygonatum Cyrtonea*

LIU Yue-jun<sup>1\*</sup>, WEN Hui-ping<sup>2</sup>, JIANG Yan-feng<sup>1</sup>, DAI De-xiong<sup>3</sup>,  
XIE Jian-qiu<sup>1</sup>, ZHU Hong<sup>1</sup>, ZHU Ting<sup>3</sup>, GE Yong-jin<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Lishui Academy of Forestry; <sup>2</sup>Lishui University; <sup>3</sup>Zhejiang Weikang Pharmaceutical Industry Co., Ltd., Lishui 323000, China

**Abstract:** In order to study the compound polysaccharide in Solomon's seal and lotus leaf alkaloid extraction technology. Experiment with 3 factors 3 levels orthogonal design, studied the influence of the alcohol extraction of polysaccharide and lotus leaf alkaloid content. The results showed that: compound polysaccharide in Solomon's seal, alkali alcohol extraction and lotus leaf polysaccharide content, which of optimum process is 100 mesh dried herbs pieces, 75% alcohol heating reflux extraction 2 h, the process dry weight and yield 60.00%, lotus leaf base rate is 0.3417 mg/g dry weight. The test factors influencing the dry weight of alcohol extraction polysaccharides for main order: herbs pieces > ethanol concentration > extraction time; Experimental factors affecting alkali alcohol extraction lotus leaf dry weight and main order is: the medicinal material crushing > ethanol concentration > extraction time.

**Key words:** compound polygonatum cyrtonea; polysaccharide; nuciferine; ethanol extraction; technology

多花黄精 (*Polygonatum Cyrtonea*) 是中药材黄精原植物之一, 具有补气、滋阴、健脾、润肺、益肾等功效作用<sup>[1]</sup>, 现代研究表明, 黄精多糖具有抗菌、降压、降血糖及防止动脉粥样硬化等作用<sup>[2]</sup>; 荷叶为睡莲科植物莲 (*Nelumbo nucifera*) 的干燥叶, 荷叶碱具有减肥降脂、抑菌、抗病毒、抗氧化、抗动脉粥样硬化、抗衰老等功能<sup>[1,3]</sup>。国内多花黄精的研究论文主要集中在生长特性、栽培技术、组培苗繁育、化学成分等方面, 关于复方多花黄精提取工艺及养生保

健产品的研制公开报道很少<sup>[4-7]</sup>。本试验复方是在降脂灵配方的基础上加以改进而来, 并经浙江省中药研究所有限公司小白鼠降脂试验, 其降脂效果略优于降脂灵和辛伐他汀, 该配方由多花黄精、荷叶、枸杞子、山楂、决明子 5 种“药食同源”中药组成。据报道, 复方多花黄精中黄精多糖水提最佳工艺为: 干药材粉碎 50 目→浸泡 30 min→加热回流水提 2 h, 此工艺条件下多糖得率为 64.36%; 荷叶碱水提最佳工艺为: 100 目药材粉→浸泡 30 min→加热回流水提 3 h, 此工艺条件下荷叶碱得率 0.1697 mg/g。为了进一步考察复方多花黄精中多糖和荷叶碱的提取方法和工艺, 试验采用 3 因素 3 水平正交设计方案, 分析比较醇提对复方多花黄精中多糖、荷叶碱含量的影响。现将结果报道如下。

收稿日期: 2017-09-11 接收日期: 2017-11-02

基金项目: 中央财政林业科技推广示范项目 (2013TS08 号); 浙江省公益类技术研究项目 (2012C2296); 丽水市中药材科技创新团队项目 (2012CXTD11); 丽水市农业新品种选育专项 (2014XPZ01); 丽水市高层次人才培养专项 (2015RC02); 丽水市科技合作项目 (20140617)

\* 通信作者 Tel: 86-578-2185128; E-mail: lslyj66@163.com

## 1 试验材料与方法

### 1.1 试验材料

多花黄精根茎采购于浙江省丽水市某县,为丽水市林业科学研究院筛选出的优良种源干燥根茎;荷叶、枸杞子、山楂、决明子4味药材采购自丽水市中医院。

主要试验仪器试剂:Agilent 1260 高效液相色谱仪(美国安捷伦公司);UV2550 型紫外分光光度仪(日本岛津公司),水浴锅(上海梅香仪器公司),电子天平(XS105DU,瑞士梅特勒公司),旋转蒸发仪;无水葡萄

糖、荷叶碱对照品,购自中国食品药品检定研究院,硫酸、苯酚、乙醇等为分析纯,水为娃哈哈纯净水。

### 1.2 醇提试验

主要研究药材粉碎粒径大小(E)、不同酒精浓度(F)、浸提时间(G)对于浸膏得率和工效成分的影响。药材粉碎粒径设50目(E<sub>1</sub>)、100目(E<sub>2</sub>)、不粉碎(E<sub>3</sub>)3个试验水平。酒精浓度设75%(F<sub>1</sub>)、95%(F<sub>2</sub>)、50%(F<sub>3</sub>)三个试验水平。浸提时间设3h(G<sub>1</sub>)、2h(G<sub>2</sub>)、1h(G<sub>3</sub>)3个试验水平。每味药材单独烘干、粉碎、过筛。加酒精量为药材重量的10倍,采用乙醇加热回流提取工艺。

表1 复方多花黄精醇提正交试验结果(单位:g、%、mg/g)

Table 1 Orthogonal experiment results of Compound Polygonatum Cyrtonea's ethanol extraction(g、%、mg/g)

组合 Group	药材粉碎 Herbs pieces	酒精浓度 Concentration of ethanol	浸提时间 Extraction time (h)	干药材重 Weight of medicinal material	浸膏重 Weight of extractum	浸膏干重 Dry weight of extractum	多糖含量 Content of polysaccharide	荷叶碱含量 Content of nuciferine
E <sub>1</sub> F <sub>1</sub> G <sub>1</sub>	50目	75%	3	250	77.80	26.92	57.45	0.2412
E <sub>1</sub> F <sub>2</sub> G <sub>2</sub>	50目	95%	2	250	71.60	30.03	63.44	0.3116
E <sub>1</sub> F <sub>3</sub> G <sub>3</sub>	50目	50%	1	250	83.60	29.58	58.07	0.2010
E <sub>2</sub> F <sub>1</sub> G <sub>2</sub>	100目	75%	2	250	84.50	40.51	60.01	0.3417
E <sub>2</sub> F <sub>2</sub> G <sub>3</sub>	100目	95%	1	250	90.70	35.90	56.24	0.2814
E <sub>2</sub> F <sub>3</sub> G <sub>1</sub>	100目	50%	3	250	98.10	36.34	50.89	0.3116
E <sub>3</sub> F <sub>1</sub> G <sub>3</sub>	不粉碎	75%	1	250	73.20	39.87	53.78	0.2312
E <sub>3</sub> F <sub>2</sub> G <sub>1</sub>	不粉碎	95%	3	250	76.20	37.65	47.24	0.2111
E <sub>3</sub> F <sub>3</sub> G <sub>2</sub>	不粉碎	50%	2	250	80.10	28.56	55.56	0.3518

### 1.3 数据统计分析

湿浸膏和干浸膏各称重1次,记录重量值,小数点保留两位。含量测定按《中国药典》(2015版)规定执行。多糖含量采用紫外分光光度法测定,苯酚-硫酸法显色,以无水葡萄糖为对照品;荷叶碱含量采用高效液相色谱法测定,以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水-三乙胺-冰醋酸(27:70.6:1.6:0.78)为流动相,检测波长为270nm,以荷叶碱为对照品。各试验组多糖和荷叶碱含量分别测定2次,取均值分析正交试验结果,多糖重量值小数点保留两位,荷叶碱重量值小数点保留四位。利用DPS数据统计软件LSD比较法进行正交方差分析和多重比较,优选出最佳组合(处理)。

## 2 结果与分析

### 2.1 不同醇提方法复方浸膏干重的比较

9个试验组合醇提浸膏平均干重33.93g,与药

材重相比,干浸膏得率13.57%。影响醇提浸膏干重的试验因素主次序为:E>F>G。试验因素E(P=0.3060)、F(P=0.6534)、G(P=0.8877)对荷叶碱干重均无显著性差异。表2可知,最优组合为不在9个试验组合中的E<sub>2</sub>F<sub>1</sub>G<sub>3</sub>,考虑到评价复方多花黄精提取方法的主要指标分别为黄精多糖和荷叶碱,故未对最优组合E<sub>2</sub>F<sub>1</sub>G<sub>3</sub>进行验证。9个试验组合以E<sub>2</sub>F<sub>1</sub>G<sub>2</sub>组合的浸膏干重利率最高,250g干药材粉碎成100目,经75%酒精加热回流浸提2h,干浸膏重40.51g,干浸膏得率16.20%,为总体平均干浸膏得率的1.19倍。

### 2.2 不同醇提方法复方中多糖含量的比较

表3和图1可知,不同提取方法对复方多花黄精中的多糖含量造成了极显著的影响。9个试验组合醇提浸膏平均干重33.93g,多糖平均干重18.86g,多糖平均得率55.59%。影响醇提多糖干重的试验因素主次序为:E>F>G。试验因素E、F、G

表2 复方多花黄精醇提正交试验结果(g)

Table 2 Orthogonal experiment results of Compound Polygonatum Cyrtonema's ethanol extraction(g)

组合 Group	药材粉碎 Herbs pieces	酒精浓度 Concentration of ethanol	浸提时间 Extraction time	浸膏干重 Dry weight of extractum
E <sub>1</sub> F <sub>1</sub> G <sub>1</sub>	50 目	75%	3h	26.92
E <sub>1</sub> F <sub>2</sub> G <sub>2</sub>	50 目	95%	2h	30.03
E <sub>1</sub> F <sub>3</sub> G <sub>3</sub>	50 目	50%	1h	29.58
E <sub>2</sub> F <sub>1</sub> G <sub>2</sub>	100 目	75%	2h	40.51
E <sub>2</sub> F <sub>2</sub> G <sub>3</sub>	100 目	95%	1h	35.90
E <sub>2</sub> F <sub>3</sub> G <sub>1</sub>	100 目	50%	3h	36.34
E <sub>3</sub> F <sub>1</sub> G <sub>3</sub>	不粉碎	75%	1h	39.87
E <sub>3</sub> F <sub>2</sub> G <sub>1</sub>	不粉碎	95%	3h	37.65
E <sub>3</sub> F <sub>3</sub> G <sub>2</sub>	不粉碎	50%	2h	28.56
k1	28.84	35.77	33.64	
k2	37.58	34.53	33.03	
k3	35.36	31.49	35.12	

及其各水平两两之间对多糖的影响均具有极显著性差异( $P=0.0001$ )。试验最优组合为 E<sub>2</sub>F<sub>1</sub>G<sub>2</sub>, 分别与其它 8 个组合存在极显著差异, 由此可知, 醇提多糖最佳工艺: 100 目干药材粉碎→75% 酒精加热回流浸提 2 h。在此工艺条件下, 250 g 干药材粉, 可得干浸膏 40.51 g, 黄精多糖干重得率 60.00%, 比刘

跃钧报道的等水提得率 64.36%, 降低了 4.36 个百分点。

### 2.3 不同醇提方法复方中荷叶碱含量的比较

不同醇提方法荷叶碱含量显著性差异见图 1。9 个试验组合醇提浸膏平均干重 33.93g, 荷叶碱平均干重 9.3631 mg, 荷叶碱平均得率 0.2760 mg/g。

表3 复方多花黄精醇提正交试验结果(g, mg/g)

Table 3 Orthogonal experiment results of Compound Polygonatum Cyrtonema's ethanol extraction(g, mg/g)

组合 Group	药材粉碎 Herbs pieces	酒精浓度 Concentration of Ethanol	浸提时间 Extraction time	多糖干重 Dry weight of polysaccharide	荷叶碱干重 Dry weight of nuciferine
E <sub>1</sub> F <sub>1</sub> G <sub>1</sub>	50 目	75%	3h	15.47 iI	6.4920 G
E <sub>1</sub> F <sub>2</sub> G <sub>2</sub>	50 目	95%	2h	19.05 dD	9.3549 D
E <sub>1</sub> F <sub>3</sub> G <sub>3</sub>	50 目	50%	1h	17.18 gG	5.9464 H
E <sub>2</sub> F <sub>1</sub> G <sub>2</sub>	100 目	75%	2h	24.31 aA	13.8428 A
E <sub>2</sub> F <sub>2</sub> G <sub>3</sub>	100 目	95%	1h	20.19 cC	10.1015 C
E <sub>2</sub> F <sub>3</sub> G <sub>1</sub>	100 目	50%	3h	18.49 eE	11.3219 B
E <sub>3</sub> F <sub>1</sub> G <sub>3</sub>	不粉碎	75%	1h	21.44 bB	9.2167 E
E <sub>3</sub> F <sub>2</sub> G <sub>1</sub>	不粉碎	95%	3h	17.79 fF	7.9465 F
E <sub>3</sub> F <sub>3</sub> G <sub>2</sub>	不粉碎	50%	2h	15.87 hH	10.0456 C
多糖均值 The average of polysaccharide	k1	17.23	20.41	17.25	
	k2	21.00	19.01	19.74	
	k3	18.36	17.18	19.60	
荷叶碱均值 The average of Nuciferine	k1	7.2644	9.8505	8.5868	
	k2	11.7554	9.1343	11.0811	
	k3	9.0696	9.1047	8.4215	

影响醇提荷叶碱干重的试验因素主次序为: E > G > F。试验因素 E、F、G 及其各水平两两之间对荷叶碱的影响均具极显著性差异 ( $P = 0.0001$ )。表 8 可知, 试验最优组合为  $E_2F_1G_2$ , 分别与其它 8 个组合存在极显著差异。醇提荷叶碱最佳工艺: 100 目干药材粉碎 → 75% 酒精加热回流浸提 2 h。在此工艺条件下, 250 g 干药材粉, 可得干浸膏 40.51 g, 荷叶碱干重得率 0.3417 mg/g, 是刘跃钧等报道的水提得率 (0.1697 mg/g) 的 2 倍。

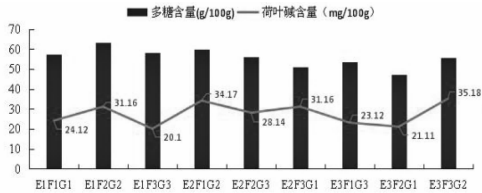


图 1 复方多花黄精中醇提多糖和荷叶碱得率比较

Fig. 1 The yield comparison of polysaccharide and Nuciferine from Compound Cyrtonea's ethanol extraction

### 3 结论与讨论

复方多花黄精中, 多糖含量醇提最佳工艺为: 100 目干药材粉碎 → 75% 酒精加热回流浸提 2 h。在此工艺条件下, 250 g 干药材粉, 可得干浸膏 40.51 g, 黄精多糖干重得率 60.00%。醇提荷叶碱最佳工艺: 100 目干药材粉碎 → 75% 酒精加热回流浸提 2 h。在此工艺条件下, 250 g 干药材粉, 可得干浸膏 40.51 g, 荷叶碱干重得率 0.3417 mg/g。影响醇提多糖干重的试验因素主次序为: E (药材粉碎)

> F (酒精浓度) > G (浸提时间)。影响醇提荷叶碱干重的试验因素主次序为: E (药材粉碎) > G (浸提时间) > F (酒精浓度)。

#### 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, 2010. Vol I, 11.
- 2 Dong ZC (董治程), Xie ZM (谢昭明), Huang D (黄丹). *Central South Pharmacy* (中南药学), 2012, 10: 451-452.
- 3 Yang F (杨菲), Xu X (徐新), Tang LQ (唐良秋). Evolution of research of *Lotus alkaloid*. *Modern Hospital* (现代医院), 2012, 12(6): 93-94.
- 4 Fan XR (樊艳荣), Chen SL (陈双林), Yang QP (杨清平), et al. The impact of understory vegetation structure on growth of *polygonatum cyrtonea* extensively managed Phyllostachys edulis plantation. *Acta Ecologica Sin* (生态学报), 2014, 34: 1471-1480.
- 5 Dai Q (戴琴), Wang XX (王晓霞), Huang QC (黄勤春), et al. Imitation of wild cultivation of *polygonatum cyrtonea* Under the *phyllostachys pubescens* Forest. *Modern Chin Med* (中国现代中药), 2014, 16: 205.
- 6 Zhou XH (周新华), Zhu QC (朱宜春), Gui SS (桂尚上), et al. Study on inducing roots from *Polygonatum cyrtonea* plantlets. *Non Forest Res* (经济林研究), 2015, 33: 102.
- 7 Wang C (王聪). Extraction purification and molecular weight determination of polysaccharide from *Polygonatum cyrtonea* Hua and made primary analysis on the pharmacological effect of the crude polysaccharide. CNKI (中国知网), 2012, 4.

(上接第 400 页)

- 17 He H, Zhang Y, Hong Y, et al. Effects of hydrocolloids on corn starch retrogradation. *Starch-Stärke*, 2014, 67: 348-354.
- 18 Zhao Y, Chen HH, Wang YS, et al. Effect of sodium alginate and its guluronic acid/mannuronic acid ratio on the physico-chemical properties of high-amylose cornstarch. *Starch-Stärke*, 2015, 68: 1-9.
- 19 Chaisawang M, Suphantharika M. Pasting and rheological properties of native and anionic tapioca starches as modified by guar gum and xanthan gum. *Food Hydrocolloid*, 2006, 20: 641-649.

- 20 Zhou X, Wang R, Yoo SH, et al. Water effect on the interaction between amylose and amylopectin during retrogradation. *Carbohydr Polym*, 2011, 86: 1671-1674.
- 21 Mughal MA, Iqbal Z, Neau SH. The effect of three gums on the retrogradation of indica rice starch. *Aaps Pharmscitech*, 2010, 12: 77-87.
- 22 Hu HQ (胡红芹), Chen HW (陈海伟), Zhang GH (张桂红), et al. Compound anti-aging of steamed bread improver experimental study. *Food Process* (粮食加工), 2012, 4: 57-60.