



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200410093869.1

[43] 公开日 2005年6月29日

[11] 公开号 CN 1631904A

[22] 申请日 2004.12.8

[21] 申请号 200410093869.1

[71] 申请人 南开大学

地址 300071 天津市卫津路 94 号南开大学化学学院

[72] 发明人 栗方星 刘冬平 王惠元 康健
赵艳萍 孙晓晨 卜显和

[74] 专利代理机构 天津市学苑有限责任专利代理事务所
代理人 赵尊生

权利要求书 1 页 说明书 4 页

[54] 发明名称 从黄芪中提取多糖的方法

[57] 摘要

本发明是一种从黄芪中提取多糖的方法，它包括将干黄芪根茎在 60~85℃ 下水提取，滤液冷却，加入酒精中沉淀，烘干，溶于水中提纯等步骤将多糖沉淀出来。本发明可以避免同时将黄酮和皂甙类化合物多种物质一并提出，克服产品纯度不高和能源消耗高等弊端。提取工艺选择性高、工艺简单、能源消耗低、产品纯度高、节约资源、不对环境产生污染。

1、一种从黄芪中提取多糖的方法，其特征在于它包括下述步骤：

1) 将干黄芪根茎打成粉末或切成2~20cm短杆，加入水，在60~85℃下回流0.2~5小时提取，或重复提取一次，分离得提取液；

2) 过滤提取液，冷却至室温以下；

3) 搅拌下将提取液加入酒精中，多糖沉淀，放出上层溶液，回收酒精，用酒精洗涤沉淀出的多糖，得粗黄芪多糖，凉干或烘干；

4) 将上述获得的多糖溶于6~12倍的水中，加热升温到近100℃，2~30分钟，出现沉淀，用过滤或离心的方法除去沉淀，得透明液体，然后重复步骤3)将多糖沉淀出来。

2、按照权利要求1所述的从黄芪中提取多糖的方法，其特征在于所述的黄芪根茎：水=1：3~10。

3、按照权利要求1所述的从黄芪中提取多糖的方法，其特征在于所述的过滤提取液冷却至20℃以下。

4、按照权利要求1所述的从黄芪中提取多糖的方法，其特征在于所述的提取液与酒精的体积比为1：1~5。

5、按照权利要求4所述的从黄芪中提取多糖的方法，其特征在于所述的提取液与酒精的体积比为1：2.0~2.2。

从黄芪中提取多糖的方法

技术领域

本发明涉及中草药有效成分的提取分离,特别是一种从黄芪中提取多糖的方法。

背景技术

黄芪 (*Astragalus memdranaceus* Bge) 为豆科植物, 主要产于山西、甘肃、黑龙江、内蒙、吉林等地, 黄芪多糖 (*Astragalus Polysaxxharide*, APS) 是主要活性成份之一。其主要生物活性表现为增强免疫功能, 有浆细胞的增生, 具有抗感染、解毒保肝等作用。同时具有抗肿瘤、抗辐射, 对急梗犬心有改善心肌收缩性能、缩小梗塞面积、减轻心肌损伤的作用。在黄芪中含有多种多糖, 其组成和主要理化性质如表 1。

由于黄芪多糖的多种生物活性及良好的临床效果, 特别是在抗癌期间, 多糖起着非常重要的作用, 多年来在国内外已经成为中药提取及中草药现代化研究的焦点之一。

封士兰等报道了 (黄芪多糖生产工艺研究, 中成药, 1997, 26 (8), 408~410) 水煮醇沉的工艺, 该项工艺的特征是黄芪根在 100℃ 下水煮 1 到数小时, 水提液在酒精中沉淀, 得多糖产物。秦雪梅等 (山西中医, 1995, 11 (1), 50~51), 倪艳等 (中国中药杂志, 1998, 23 (5), 284~286) 及 US5268467/verbiscar Anthony J, 1993, 12, 07 所报道的工艺与封士兰等所报道的工艺中, 黄芪多糖的提取都是在 100℃ 下进行的。造成这样工艺的一致性, 可能是基于传统中水煎中药的习惯, 然而这样的工艺存在两大缺点:

1. 水温度高, 对提取物的选择性不好。比如在黄芪中, 除含有多糖外, 还含有黄酮、皂甙等化合物。如果温度达到 100℃, 黄酮、皂甙等物质也一样被提取出来。黄酮类物质在空气中易被氧化变成深色物质, 提取出的黄酮类物质混在多糖中, 使白色的多糖成为深红色, 并随着时间的延长颜色越来越深, 严重影响产品的外观。

2. 降低经济效益, 浪费能源和资源。由于水煮温度高, 能源消耗大, 直接降低经济效益。另一方面由于黄酮和皂甙类物质被提取出来, 除影响产品纯度和外观外, 这些被提取出来的黄酮、皂甙又不能在后续的工艺中被搜集出来, 使两种本来具有非常重要的药用价值的物质损失相当的数量, 减少了进一步提取黄酮、皂甙类的效益。

发明内容

本发明的目的是提供一种从黄芪中提取多糖的方法，是传统方法的改进，可以避免同时将黄酮和皂甙类化合物多种物质一并提出，克服产品纯度不高和能源消耗高等弊端。本发明的特点是：提取工艺选择性高、工艺简单、能源消耗低、产品纯度高、节约资源、不对环境产生污染。

本发明包括下述步骤：

1) 将干黄芪根茎打成粉末或切成2~20cm短杆，加入水，在60~85℃下回流0.2~5小时提取，或重复提取一次，分离得提取液。投料比：黄芪根茎：水=1：3~10。

2) 过滤提取液，冷却至室温以下，因为降低温度能降低多糖的溶解度，温度控制在低于20℃为好。如果滤液内机械杂质很少也可不用过滤。

收集第一次提取液后，提取容器内的黄芪根茎还可进一步提取黄酮、皂甙或其它成份用。

3) 搅拌下将提取液加入酒精中，多糖将沉淀出来，放出上层溶液，回收酒精。剩余的水内含有蔗糖及其它少量黄芪组分，回收后可制成药、保健品及蔗糖。用酒精洗涤沉淀出的多糖，得粗黄芪多糖，凉干或烘干。提取液与酒精的体积比为1：1~5，优选1：2~2.2。

4) 将上述获得的多糖溶于6~12倍的水中，加热升温到近100℃，2~30分钟，出现沉淀，用过滤或离心的方法除去沉淀，得透明液体，然后重复步骤3)将多糖沉淀出来。

从黄芪中提取多糖的方法，是传统方法的改进，是从黄芪中提取多糖的高选择性方法，可以避免同时将黄酮和皂甙类化合物多种物质一并提出，克服产品纯度不高和能源消耗高等弊端。本发明提取工艺选择性高、工艺简单、能源消耗低、产品纯度高、节约资源、不对环境产生污染。

具体实施方式

实施例：

分别称取300g, 480g和350g黄芪根茎粉末，分别放入盛有1600ml, 2300ml和1800ml蒸馏水的3000ml三口瓶内。水温65℃。在搅拌下保持1小时，过滤分别的水提液900ml, 1200ml和1070ml。冷却致室温。分别将上述3份水提液倒入1800ml, 2400ml和2140ml酒精中，有大量沉淀生成，分去上层酒精溶液后，沉淀物分别用100ml酒精洗一次，干

燥沉淀物，结果列于表 2 中。

将第三个的试验第一次提取结束后，补加蒸馏水 1070ml，做第二次提取。提取过程如上述，得多糖 10.1g，收率 2.9%。

上述方法提取的多糖称为 NGF。

温度视黄芪根茎的新鲜程度而定，刚采收的根茎的水温需要在 80~85℃ 下进行，随着储存时间的增长水温可适当降低。水量也根据黄芪根茎的新鲜程度而定，新鲜的用水量多，刚采收的黄芪根茎用水量是黄芪根茎重量的 7 倍。

多糖的提纯：

分别称取 NGF 30g 和 50g，分别放入 300ml 和 500ml 蒸馏水中，溶解并加热到 100℃。保持约 5 分钟，离心分离，分别得溶液 280ml 和 465ml。过大孔吸附树脂 AB-8（南开大学化工厂生产）柱脱色。再分别倒入 560ml 和 930ml 的酒精中，沉淀多糖，酒精洗涤一次，干燥。离心后的沉淀物，干燥称重。结果列于表 3 中。

产品分析

外观：目测

水不溶物的测定：准确称取干燥的 NGF（直接从黄芪中提取的多糖）和 NGS（将 NGF 提纯后的多糖）约 2g，精确到 1mg，用 10 倍的水溶解后过滤，滤纸也准确称重。过滤后干燥滤纸，将水不溶物称重。

$C=P/W$, C: 水不溶物含量; P: 水不溶物重量; W: 样品重

熔点的测定：用熔点测定仪测定。

纯度的分析：本方法的原理是判断多糖是否含有杂质及杂质的数量。方法如下：准确称取 2g 干燥的多糖 NGF 和 NGS。精确到 1 毫克放入 100ml 单口锥型瓶内，加入准确称重的 40g 四氢呋喃，回流 2 小时。然后用液相色谱测四氢呋喃中的杂质数量。四氢呋喃是典型的有机溶剂。若多糖内含有有机杂质，四氢呋喃内必含有有机杂质。若四氢呋喃内基本无杂质，可证明多糖内基本无杂质。若四氢呋喃内确含有一定的杂质，可再用其它有机溶剂重复这一实验，进一步证明多糖内是否含有有机杂质。通过四氢呋喃回流后，四氢呋喃内基本无杂质。结果列于表 4 中。

表 1. 黄芪多糖的组成及理化性质

多糖名称	溶解度	比旋度	I ₂ 蒸汽	平均分子量	组成	NaIO ₄ 耗量	Smith 降解产物

多糖 I	易溶于水, 难溶于乙醇及其它有机溶剂	+101.4°	橘黄色	36300	葡萄糖:半乳糖:阿拉伯糖=1.75:1.63:1		
多糖 II	同上	+170.8°	紫红色	12300	葡萄糖	1.33	赤鲜醇:丙三醇=7.55:1
多糖 III	同上	+177.6°	兰色	34600	葡萄糖	1.29	赤鲜醇:丙三醇=18.66:1

表 2. 3 次提取多糖的第一次提取结果

序号	黄芪粉末重量 (g)	水的用量 (ml)	水提液体积 (ml)	酒精用量 (ml)	多糖重量 (g)	提取收率 (%)
1	300	1600	900	1800	25.5	8.5
2	480	2300	1200	2400	53.4	11.1
3	350	1800	1070	2140	32.0	9.1

平均提取收率: 9.6%

表 3. 多糖的提纯及不溶物的含量

NGF (g)	水量 (ml)	NGS (g)	水不溶物 (g)	水不溶物含量 (%)
30	300	17.5	0.45	1.5
50	500	24.0	1.75	3.5

表 4. 多糖的参数

序号	NGF	NGS
1	易溶于水的白色粉末	易溶于水的白色粉末
2	水不溶物 1.5%~3.5%	水不溶物 0.1%~0.2%
3	熔点高于 290	熔点高于 290
4	不溶于酒精等溶剂	不溶于酒精等溶剂
5	四氢呋喃浸出物小于 0.2%~0.3%	四氢呋喃浸出物小于 0.1%~0.2%
6	纯度 96%~98%	纯度 99.6%~99.8%