

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200510119030.5

[51] Int. Cl.
A61K 36/9068 (2006.01)
A61K 36/258 (2006.01)

[43] 公开日 2006年8月9日

[11] 公开号 CN 1814270A

[22] 申请日 2005.11.29

[21] 申请号 200510119030.5

[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所

地址 130022 吉林省长春市人民大街 5625 号

[72] 发明人 刘淑莹 张旭 刘志强 宋凤瑞

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公司
代理人 马守忠

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

[54] 发明名称

一种增加人参总皂苷中 R_{g_3} 含量的方法

[57] 摘要

本发明提供了一种增加人参总皂苷中 R_{g_3} 含量的方法。以人参干燥根和干姜为起始材料，将人参干燥根和干姜加工成粉末，用有机溶剂脱脂、水溶液加热提取、过滤、醇沉处理，可得增加人参总皂苷中 R_{g_3} 含量很高的人参皂苷粗提物。获得的人参总皂苷，经高压液相色谱检测可知，人参总皂苷中 R_{g_3} 的含量显著增加。人参总皂苷中 R_{g_3} 的含量比一般人参干燥根增加 5~30 倍。此方法方便、高效、易于操作，且成本低廉，可满足医药、食品领域的开发和利用，应用、开发价值极大。

1、一种增加人参总皂苷中 Rg_3 含量的方法，其特征在于包括如下的步骤和条件：以人参干燥根和干姜为起始材料，将人参干燥根和干姜加工成粉末，用有机溶剂脱脂、水溶液加热提取、过滤、醇沉处理，可得增加人参总皂苷中 Rg_3 含量很高的人参皂苷粗提物。

2. 根据权利要求 1 所述的一种增加人参总皂苷中 Rg_3 含量的方法，其特征在于：所述的将人参干燥根和干姜加工成粉末，在盛有人参干燥根粉末的容器中加入氯仿、石油醚或乙醚等有机溶剂，加入量以明显超过干燥根粉末的体积为宜，在 $50^{\circ}\text{C}\sim 75^{\circ}\text{C}$ 的范围内加热 1.5~3 小时，倾出有机溶剂；加入干姜粉末，使其与人参干燥根粉末的质量比为 1~3:1；加入水溶液，加入量一般以水溶液的质量是人参干燥根粉末和干姜粉末的总质量的 10~20 倍为宜，搅拌，使粉末混合均匀，加热，水溶液保持微沸状态 1.5~3 小时，将该水溶液倒出；该连续加热 2~4 次，每次加入的水溶液质量相同，合并水溶液，过滤，浓缩，使水溶液的体积减少 $2/3\sim 4/5$ 后，缓慢加入乙醇溶液，最后使乙醇在溶液中的体积含量占 60%~85%，静置 12~24 小时，滤去沉淀，低压回收乙醇，可得增加人参总皂苷中 Rg_3 含量很高的人参皂苷粗提物。

一种增加人参总皂苷中 Rg_3 含量的方法

技术领域

本发明涉及提高人参皂苷 Rg_3 在人参总皂苷中含量的方法。

背景技术

人参皂苷 Rg_3 是人参中含有的一种二醇型人参皂苷。其具有很高的抗癌、抗血栓、抗病毒、抗疲劳、增强机体免疫力的生理活性。由于人参中 Rg_3 的含量很低，所以如何大量制备 Rg_3 具有重要的研究价值和广泛的应用前景。

除了直接从人参中提取外，目前常采用的制备 Rg_3 的方法有酶解法（赵立亚等，大连轻工业学院学报：Vol.21 (2)，2002，112-115，李平亚等人（中国专利，申请号 98103433）以人参二醇甙元为原料，人工合成 Rg_3 。杨凌等人（中国专利，申请号 01133409.6）以人参二醇皂苷为原料，采用酸水解法制备 Rg_3 。这几种方法对原材料的要求较高，使制备成本大幅度上升。

发明的技术内容：

本发明提供了一种低成本、方便、简单，可直接由人参干燥根与干姜煎煮增加人参总皂苷中 Rg_3 含量的方法。

本发明以人参干燥根和干姜为起始材料，分别将人参干燥根和干姜加工成粉末，在盛有人参干燥根粉末的容器中加入氯仿、石油醚或乙醚等有机溶剂，加入量以明显超过干燥根粉末的体积为宜，在 $50^{\circ}\text{C}\sim 75^{\circ}\text{C}$ 的范围内加热 1.5~3 小时，倾出有机溶剂；加入干姜粉末，使其与人参干燥根粉末的质量比为 1~3:1；加入水溶液，加入量一般以水溶液的质量是人参干燥根粉末和干姜粉末的总质量的 10~20 倍为宜，搅拌，使粉末混合均匀，加热，水溶液保持微沸状态 1.5~3 小时，将该水溶液倒出；该连续加热 2~4 次，每次加入的水溶液质量相同，合并水溶液，过滤，浓缩，使水溶液的体积减少 $2/3\sim 4/5$ 后，缓慢加入乙醇溶液，最后使乙醇在溶液中的体积含量占 60%~85%，静

置 12~24 小时，滤去沉淀，低压回收乙醇，可得增加人参总皂苷中 R_{g_3} 含量很高的人参皂苷粗提物。

利用高压液相色谱，以不同浓度的标准品（20S）- R_{g_3} 为外标物绘制工作曲线，通过色谱峰面积来测定总皂苷中 R_{g_3} 的含量。

本发明提供了一种增加人参总皂苷中 R_{g_3} 含量的方法，可得增加人参总皂苷中 R_{g_3} 含量很高的人参皂苷粗提物。其中获得的人参总皂苷，经高压液相色谱检测可知，人参总皂苷中 R_{g_3} 的含量比一般人参干燥根增加 5~30 倍。此方法方便、高效、易于操作，且成本低廉，可满足医药、食品领域的开发和利用，应用、开发价值极大。

附图说明：

附图 1 为人参干燥根中提出的总皂苷的色谱图，总皂苷的色谱图中的 R_{g_3} 的含量非常少。

附图 2 为本发明提供的增加人参总皂苷中 R_{g_3} 含量的方法得到的增加人参总皂苷中 R_{g_3} 含量很高的人参皂苷粗提物的总皂苷色谱图。从总皂苷色谱图，可以看出（20S）- R_{g_3} 与（20R）- R_{g_3} 的含量显著提高，人参总皂苷中 R_{g_3} 的含量比一般人参干燥根增加 5~30 倍。

具体实施方式

实施例 1

（1）样品制备

50mL 氯仿中加入 5 克人参干燥根粉末，在 50℃ 下进行脱脂反应 2 小时，倾出氯仿后与 5 克干姜粉末加入到 100mL 水溶液中搅拌加热，保持微沸 1.5 小时，倾出水液，再加入 100mL 水溶液加热，保持微沸 1.5 小时，合并两次水液，过滤，加热使水液浓缩到 100mL，缓慢加入乙醇溶液，最终乙醇的体积占溶液体积的 65%，静置 12 小时，过滤，低压（0.09kPa）回收乙醇，残渣以甲醇溶解，移入 25mL 的容量瓶中，用甲醇定溶，摇匀，可得增加人参总皂苷中 R_{g_3} 含量很高的人参皂苷粗提物。可将其作为测定样品。

（2） R_{g_3} 的测量方法

精密称取一定量的(20S)-Rg₃标准品置于10mL容量瓶中,加甲醇定溶。用微量注射器精密移取(20S)-Rg₃标准溶液80μL,100μL,120μL,140μL,160μL,分别置于10mL容量瓶中,加甲醇定溶。

本发明选用的高压液相色谱条件:选用蒸发光检测器,用十八烷基硅烷键合硅胶为色谱柱的填充剂,(A)乙腈(B)0.3%冰醋酸水溶液为流动相,漂移管温度86℃,气体流速2.4L/min,进样量10.0μL,50分钟梯度洗脱,梯度变化:(A)20%~60%(B)80%~40%。将不同浓度的(20S)-Rg₃标准品与其相应色谱峰面积作标准工作曲线,然后根据标准曲线测得总皂苷中Rg₃的含量。

测得总皂苷中Rg₃的含量为:8.5mg,较未加入干姜前增加了12.5倍。

实施例2

50mL石油醚中加入2克人参干燥根粉末,在55℃下进行脱脂反应2.5小时,倾出乙醚后与10克干姜粉末加入到120mL水溶液中搅拌加热,保持微沸2时,倾出水液,再重复两次,合并三次的水液,过滤,加热使水液浓缩到150mL,缓慢加入乙醇溶液,最终乙醇的体积占溶液总体积的70%,静置16小时,过滤,低压(0.09kPa)回收乙醇,残渣以甲醇溶解,移入25mL的容量瓶中,用甲醇定溶,摇匀,可得增加人参总皂苷中Rg₃含量很高的人参皂苷粗提物。其作为测定样品,Rg₃含量的测定方法同实施例1。测得总皂苷中Rg₃的含量为:4.3mg,较未加入干姜前增加了5.8倍。

实施例3

50mL石油醚中加入5克人参干燥根粉末,在60℃下进行脱脂反应2小时,倾出石油醚后与7克干姜粉末加入到170mL水溶液中搅拌加热,保持微沸2时,倾出水液,再重复两次,合并三次的水液,过滤,加热使水液浓缩到130mL,缓慢加入乙醇溶液,最终乙醇的体积占溶液总体积的70%,静置15小时,过滤,低压(0.09kPa)回收乙醇,残渣以甲醇溶解,移入25mL的容量瓶中,用甲醇定溶,摇匀,可得增加人参总皂苷中Rg₃含量很高的人参皂苷粗提物。作为测定样品,Rg₃含量的测定方法同实施例1。测得总皂苷中Rg₃的含量为:17.6mg较未加入干姜前增加了27倍。

实施例 4

50mL 乙醚中加入 5 克人参干燥根粉末, 在 55℃ 下进行脱脂反应 2.5 小时, 倾出乙醚后与 10 克干姜粉末加入到 225mL 水溶液中搅拌加热, 保持微沸 2 时, 倾出水液, 再重复两次, 合并三次的水液, 过滤, 加热使水液浓缩到 290mL, 缓慢加入乙醇溶液, 最终乙醇的体积占溶液总体积的 75%, 静置 18 小时, 过滤, 低压 (0.09kPa) 回收乙醇, 残渣以甲醇溶解, 移入 25mL 的容量瓶中, 用甲醇定溶, 摇匀, 可得增加人参总皂苷中 Rg_3 含量很高的人参皂苷粗提物。作为测定样品, Rg_3 含量的测定方法同实施例 1。测得总皂苷中 Rg_3 的含量为: 15.3mg, 较未加入干姜前增加了 23.3 倍。

实施例 5

50mL 氯仿中加入 5 克人参干燥根粉末, 在 75℃ 下进行脱脂反应 3 小时, 倾出氯仿后与 13 克干姜粉末加入到 360mL 水溶液中搅拌加热, 保持微沸 2 时, 倾出水液, 再重复三次, 合并四次的水液, 过滤, 加热使水液浓缩到 360mL, 缓慢加入乙醇溶液, 最终乙醇的体积占溶液总体积的 80%, 静置 24 小时, 过滤, 低压 (0.09kPa) 回收乙醇, 残渣以甲醇溶解, 移入 25mL 的容量瓶中, 用甲醇定溶, 摇匀, 可得增加人参总皂苷中 Rg_3 含量很高的人参皂苷粗提物。作为测定样品, Rg_3 含量的测定方法同实施例 1。测得总皂苷中 Rg_3 的含量为: 13.8mg, 较未加入干姜前增加了 21 倍。

实施例 6

50mL 乙醚中加入 5 克人参干燥根粉末, 在 75℃ 下进行脱脂反应 3 小时, 倾出乙醚后与 15 克干姜粉末加入到 250mL 水溶液中搅拌加热, 保持微沸 1.5 时, 倾出水液, 再重复二次, 合并三次的水液, 过滤, 加热使水液浓缩到 190mL, 缓慢加入乙醇溶液, 最终乙醇的体积占溶液总体积的 80%, 静置 24 小时, 过滤, 低压 (0.09kPa) 回收乙醇, 残渣以甲醇溶解, 移入 25mL 的容量瓶中, 用甲醇定溶, 摇匀, 可得增加人参总皂苷中 Rg_3 含量很高的人参皂苷粗提物。作为测定样品, Rg_3 含量的测定方法同实施例 1。测得总皂苷中 Rg_3 的含量为: 12.8mg, 较未加入干姜前增加了 19.4 倍。

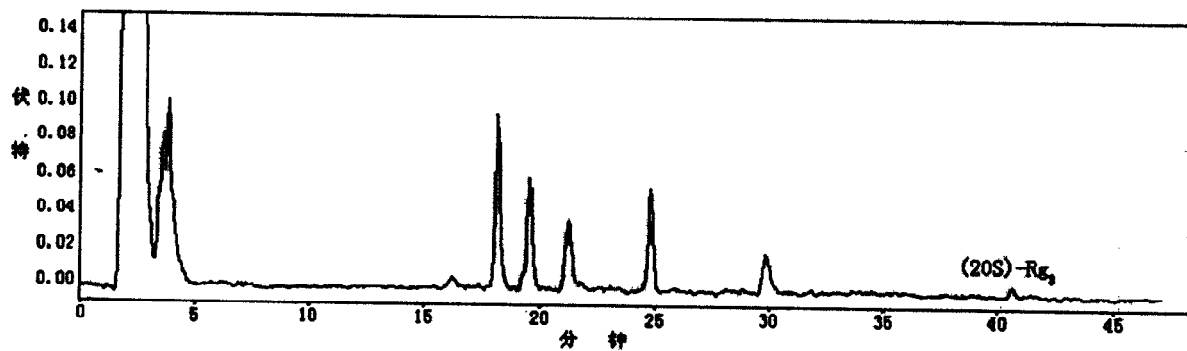


图 1

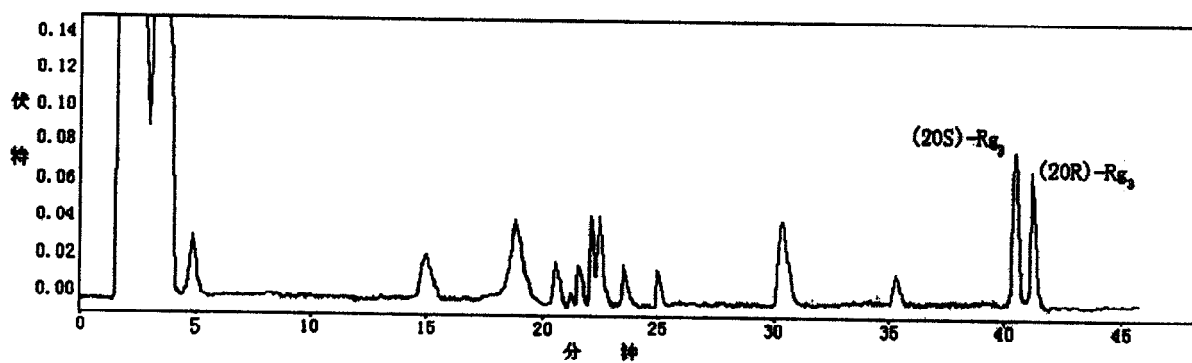


图 2