

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C07J 9/00 (2006.01)



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200610016676.5

[43] 公开日 2006年8月23日

[11] 公开号 CN 1821259A

[22] 申请日 2006.3.17

[21] 申请号 200610016676.5

[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
张宪臣

[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 6 页 附图 1 页

[54] 发明名称

一种从人参根中获得二醇型人参皂苷 F₂ 的方法

[57] 摘要

本发明提供了一种从人参根中获得二醇型人参皂苷 F₂ 的方法。以人参和五味子为起始材料，将各种药材加工成粉末，用有机溶剂脱脂、水溶液加热提取、过滤、醇沉处理，获得的人参总皂苷，经高压液相色谱检测可知，在提取出的人参总皂苷中原来不存在的二醇型人参皂苷 F₂ 的含量较高。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. 一种从人参根中获得二醇型人参皂苷 F_2 的方法，其特征在于，取人参根和五味子为起始材料，将人参根和五味子分别加工成粉末，在盛有人参根粉末的容器中加入氯仿、石油醚或乙醚有机溶剂，加入量以明显超过粉末的体积为宜，在 $50^{\circ}\text{C}\sim 80^{\circ}\text{C}$ 的范围内加热 1.5~4 小时，倾出有机溶剂；在上述容器中加入五味子粉末，使其与人参根粉末的质量比为 1~3:1；再加入水，加入量一般以水的质量是人参根与五味子粉末的总质量的 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 1.5~4 小时，将水溶液倒出；再加水加热 2~4 次，每次加入的水质量相同，且水溶液保持微沸状态 1.5~4 小时后再倒出；将几次倒出的水溶液合并，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，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，得到 F_2 含量很高的人参皂苷粗提物。

2. 如权利要求 1 所述的一种从人参根中获得二醇型人参皂苷 F_2 的方法，其特征在于，所说的人参根为白参。

3. 如权利要求 1 所述的一种从人参根中获得二醇型人参皂苷 F_2 的方法，其特征在于，所说的人参根为红参。

4. 如权利要求 1 所述的一种从人参根中获得二醇型人参皂苷 F_2 的方法，其特征在于，所说的人参根为糖参。

5. 如权利要求 1 所述的一种从人参根中获得二醇型人参皂苷 F_2 的方法，其特征在于，所说的人参根为活性参。

一种从人参根中获得二醇型人参皂苷 F₂ 的方法

技术领域

本发明涉及从人参根中获得二醇型人参皂苷 F₂ 的方法

背景技术

人参二醇型皂苷 F₂ 是人参中含有的一种二醇型人参皂苷，主要存在于人参叶中，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。由于人参叶中 F₂ 的含量很低，所以如何大量制备 F₂ 具有重要的研究价值和广泛的应用前景。

除了直接从人参叶中提取外，目前常采用的可以获得 F₂ 的方法有以人参二醇皂苷为原料，采用酸水解法获得二醇型人参皂苷 F₂（冯仲扬等人，中国药学杂志：Vol.32，No.12，1997，772-774）；以人参二醇皂苷为原料，采用真菌代谢的方法，在代谢产物中可获得二醇型人参皂苷 F₂（马吉胜等人，药学学报：36（8），2001，603-305）。这两种方法对原材料的要求较高，制备成本很高。

发明的技术内容：

本发明提供了一种从人参根中获得二醇型人参皂苷 F₂ 的方法。即为可直接由人参根与五味子煎煮获得较高 F₂ 含量的方法。

本发明所说的人参根，为人参干燥根，亦为人参炮制加工品。其种类达 20 多种，归纳起来有四大类：即白参（生晒参），红参，糖参，和近年来开发出来的新品种‘活性参’。

本发明以人参根和五味子为起始材料，将人参根和五味子分别加工成粉末，在盛有人参根粉末的容器中加入氯仿、石油醚或乙醚有机溶剂，加入量以明显超过粉末的体积为宜，在 50℃~80℃ 的范围内加热 1.5~4 小时，

倾出有机溶剂；在上述容器中加入五味子粉末，使其与人参根粉末的质量比为 1~3:1；再加入水，加入量一般以水的质量是人参根与五味子粉末的总质量的 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 1.5~4 小时，将水溶液倒出；再加水加热 2~4 次，每次加入的水质量相同，且水溶液保持微沸状态 1.5~4 小时后再倒出；将几次倒出的水溶液合并，过滤，浓缩，使水溶液的体积减少 2/3~4/5 后，缓慢加入乙醇溶液，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，得到 F_2 含量很高的人参皂苷粗提物；

本发明提供了一种从人参根中获得二醇型人参皂苷 F_2 的方法。用该方法从人参根中获得的二醇型人参皂苷 F_2 ，利用高压液相色谱，以不同浓度的标准品 F_2 为外标物绘制工作曲线，通过色谱峰面积来测定总皂苷中 F_2 的含量。测得总皂苷中 F_2 的最高含量为：9.35mg。各实施例得到的总皂苷中 F_2 的含量表明，本发明方法简便、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，开发价值极大。

附图说明：

图 1 为红参中提出的总皂苷的色谱图，图中没有发现二醇型人参皂苷 F_2 。

图 2 为白参干燥根中提出的总皂苷的色谱图，图中没有发现二醇型人参皂苷 F_2 。

图 3 为本发明提供的得到 F_2 含量较高的人参总皂苷粗提物的色谱图。图中可以看出本发明的方法使得人参总皂苷中有含量较高的二醇型人参皂苷 F_2 。

具体实施方式

实施例 1

(1) 样品制备

70mL 乙醚中加入 5 克红参粉末, 在 50℃ 下进行脱脂反应 1.5 小时, 倾出乙醚后与 5 克五味子粉末加入到 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 60%, 静置 20 小时, 过滤, 低压 (0.08kPa) 回收乙醇, 残渣以 70% 的甲醇 (甲醇: 水) 溶解, 移入 25mL 的容量瓶中, 用甲醇定溶, 摇匀, 可得含有 F₂ 的人参皂苷粗提物。可将其作为测定样品。

(2) F₂ 的测量方法

精密称取一定量的 F₂ 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 F₂ 标准溶液 80 μL, 100 μL, 120 μL, 140 μL, 160 μL, 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 90℃, 气体流速 2.2L/min, 进样量 10.0 μL, 52 分钟梯度洗脱, 梯度变化: (A) 20%~60% (B) 80%~40%。将不同浓度的 F₂ 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 F₂ 的含量。

测得总皂苷中 F₂ 的含量为: 3.38mg

实施例 2

60mL 石油醚中加入 5 克白参干燥根粉末, 在 60℃ 下进行脱脂反应 2.5 小时, 倾出石油醚后与 8 克五味子粉末加入到 150mL 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 180mL, 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 16 小时, 过滤, 低压 (0.08kPa) 回收乙醇, 残渣以 70% 甲醇 (甲醇: 水) 溶解, 移入 25mL 的容量瓶中, 用甲醇定溶, 摇匀, 可得含

有 F₂ 人参皂苷粗提物。其作为测定样品， F₂ 含量的测定方法同实施例 1。
测得总皂苷中 F₂ 的含量为： 0.86mg

实施例 3

50mL 氯仿中加入 5 克红参粉末，在 60℃ 下进行脱脂反应 3 小时，倾出氯仿后与 8 克五味子粉末加入到 260mL 水溶液中搅拌加热，保持微沸 3 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 208mL，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 18 小时，过滤，低压（0.08kPa）回收乙醇，残渣以 70% 甲醇（甲醇：水）溶解，移入 25mL 的容量瓶中，用甲醇定溶，摇匀，可得含有 F₂ 人参皂苷粗提物。作为测定样品， F₂ 含量的测定方法同实施例 1。测得总皂苷中 F₂ 的含量为： 5.76mg

实施例 4

50mL 乙醚中加入 5 克糖参干燥根粉末，在 65℃ 下进行脱脂反应 4 小时，倾出乙醚后与 10 克五味子粉末加入到 250mL 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 250mL，缓慢加入乙醇溶液，最终乙醇的体积占溶液总体积的 85%，静置 20 小时，过滤，低压（0.08kPa）回收乙醇，残渣以 70% 甲醇（甲醇：水）溶解，移入 25mL 的容量瓶中，用甲醇定溶，摇匀，可得含有 F₂ 人参皂苷粗提物。作为测定样品， F₂ 含量的测定方法同实施例 1。测得总皂苷中 F₂ 的含量为： 0.92mg

实施例 5

60mL 氯仿中加入 5 克红参粉末，在 70℃ 下进行脱脂反应 3 小时，倾出氯仿后与 11 克五味子粉末加入到 300mL 水溶液中搅拌加热，保持微沸 2.5 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 320mL，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 70% 甲醇（甲醇：

水)溶解,移入 25mL 的容量瓶中,用甲醇定溶,摇匀,可得含有 F₂ 人参皂苷粗提物。作为测定样品, F₂ 含量的测定方法同实施例 1。测得总皂苷中 F₂ 的含量为: 7.62mg

实施例 6

55mL 乙醚中加入 5 克糖参干燥根粉末,在 75℃ 下进行脱脂反应 2 小时,倾出乙醚后与 15 克五味子粉末加入到 200mL 水溶液中搅拌加热,保持微沸 2 时,倾出水液,再重复一次,合并二次的水液,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 24 小时,过滤,低压(0.08kPa)回收乙醇,残渣以 70%甲醇(甲醇:水)溶解,移入 25mL 的容量瓶中,用甲醇定溶,摇匀,可得含有 F₂ 人参皂苷粗提物。作为测定样品, F₂ 含量的测定方法同实施例 1。测得总皂苷中 F₂ 的含量为: 1.05mg

实施例 7

65mL 石油醚中加入 5 克红参粉末,在 80℃ 下进行脱脂反应 3 小时,倾出石油醚后与 15 克五味子粉末加入到 400mL 水溶液中搅拌加热,保持微沸 4 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 320mL,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 15 小时,过滤,低压(0.08kPa)回收乙醇,残渣以 70%甲醇(甲醇:水)溶解,移入 25mL 的容量瓶中,用甲醇定溶,摇匀,可得含有 F₂ 人参皂苷粗提物。作为测定样品, F₂ 含量的测定方法同实施例 1。测得总皂苷中 F₂ 的含量为: 9.35mg

实施例 8

70mL 石油醚中加入 5 克活性参粉末,在 65℃ 下进行脱脂反应 2 小时,倾出石油醚后与 5 克五味子粉末加入到 120mL 水溶液中搅拌加热,保持微沸 2 时,倾出水液,再重复一次,合并二次的水液,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总体积的 70%,

静置 12 小时，过滤，低压（0.08kPa）回收乙醇，残渣以 70%甲醇（甲醇：水）溶解，移入 25mL 的容量瓶中，用甲醇定溶，摇匀，可得含有 F₂ 人参皂苷粗提物。作为测定样品，F₂ 含量的测定方法同实施例 1。测得总皂苷中 F₂ 的含量为：2.03mg

实施例 9

60mL 乙醚中加入 5 克活性参粉末，在 50℃下进行脱脂反应 1.5 小时，倾出乙醚后与 10 克五味子粉末加入到 200mL 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 250mL，缓慢加入乙醇溶液，最终乙醇的体积占溶液总体积的 60%，静置 24 小时，过滤，低压（0.08kPa）回收乙醇，残渣以 70%甲醇（甲醇：水）溶解，移入 25mL 的容量瓶中，用甲醇定溶，摇匀，可得含有 F₂ 人参皂苷粗提物。作为测定样品，F₂ 含量的测定方法同实施例 1。测得总皂苷中 F₂ 的含量为：3.47mg 。

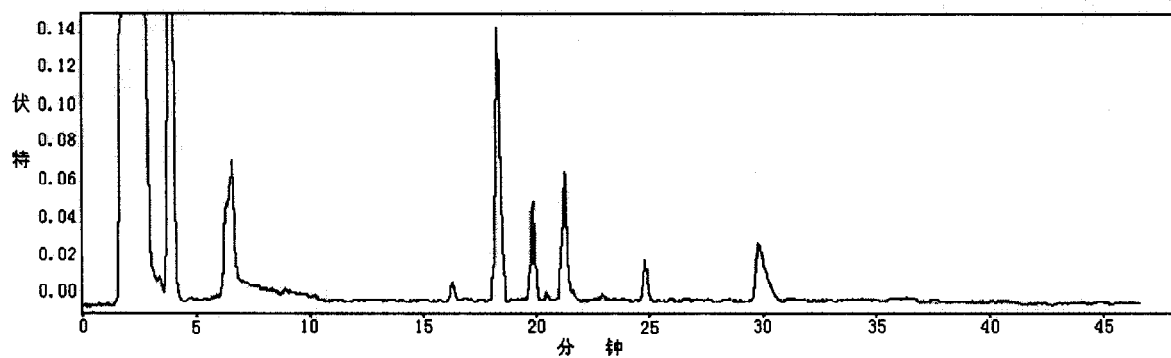


图 1

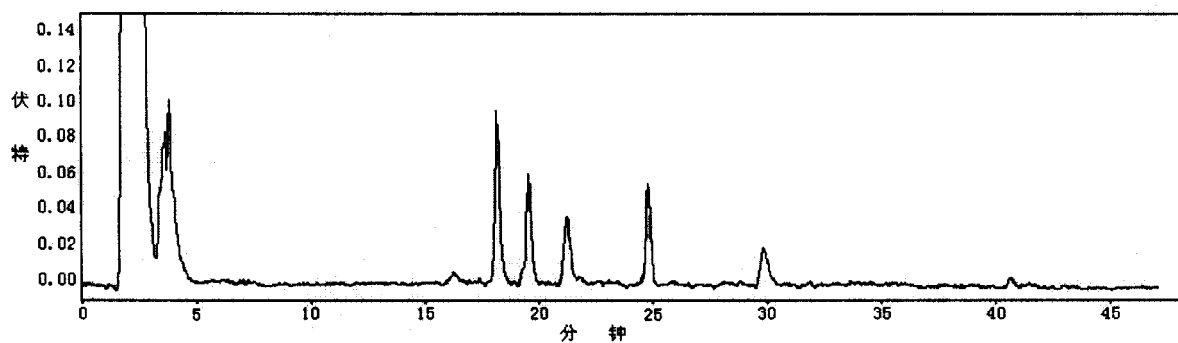


图 2

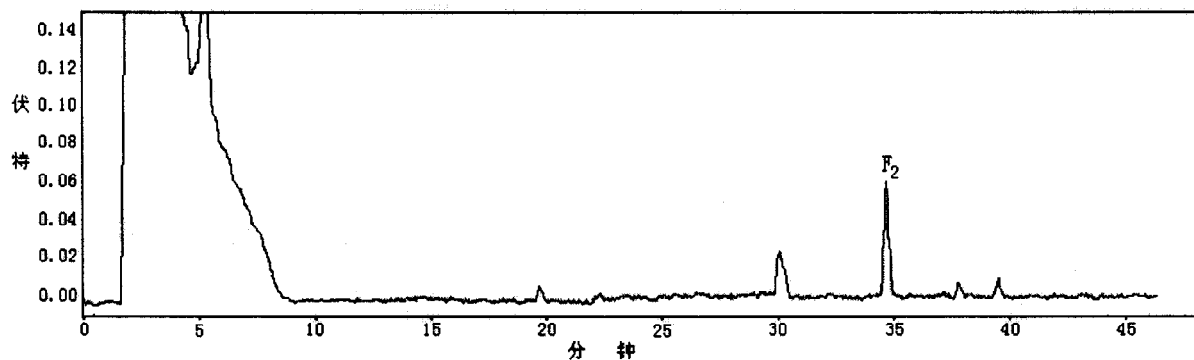


图 3