

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810050535.4

[51] Int. Cl.

A61K 36/258 (2006.01)

A61P 35/00 (2006.01)

A61P 25/00 (2006.01)

A61K 31/704 (2006.01)

[43] 公开日 2008年8月20日

[11] 公开号 CN 101244104A

[22] 申请日 2008.3.24

[21] 申请号 200810050535.4

[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 宋凤瑞 张语迟 王淑敏 刘志强
刘淑莹

[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 5 页 附图 1 页

[54] 发明名称

一种增加人参总皂苷提取物中稀有皂苷含量的方法

[57] 摘要

本发明提供了一种增加人参总皂苷提取物中稀有皂苷含量的方法。以人参干燥根为起始材料，将人参根经有机试剂脱脂，再经有机试剂提取、浓缩、用水混悬后加入有机试剂再放入高压蒸参箱中进行蒸制，蒸制结束后取出，经浓缩、萃取再浓缩，可得人参总皂苷中稀有皂苷含量很高的人参皂苷提取物。获得的人参总皂苷提取物，经高压液相色谱分析，稀有皂苷包括 20R - Rg3、20S - Rg3、Rk1、Rg5 的含量显著增加。人参总皂苷提取物中 20R - Rg3、20S - Rg3、Rk1、Rg5 的含量比一般人参干燥根皂苷提取物增加 50 ~ 100 倍。

1、一种增加人参总皂苷提取物中稀有皂苷含量的方法，其特征在于，步骤和条件如下：将人参干燥根加工成粉末，加入氯仿、石油醚或乙醚有机溶剂，用索氏提取器进行脱脂，氯仿、石油醚或乙醚的体积（毫升）：人参干燥根粉末质量（克）的配比为 10-100，提取时间为 3 小时，提取结束后倾出氯仿、石油醚或乙醚，残渣用正丁醇饱和和水进行提取，正丁醇饱和溶液体积（毫升）：人参粉末质量（克）为 10-100，进行超声波提取，提取条件为：功率在 300W 至 500W，温度为 20℃至 50℃，提取时间为 0.5 小时至 2 小时，提取结束后过滤，滤液蒸干，残渣用水混悬，水的体积为（毫升）：人参粉末的质量（克）为 10-100，再向混悬液中加入冰醋酸溶液，冰醋酸的体积（毫升）：人参粉末的质量（克）为 4-20，放入蒸参箱中进行蒸制，蒸制温度为 120℃至 130℃，蒸制时间为 1 小时至 6 小时，蒸制结束后将混悬溶液取出，进行浓缩，浓缩至蒸制前混悬溶液体积的五分之一，浓缩后的混悬溶液用正丁醇饱和水溶液萃取，正丁醇饱和水溶液的加入体积（毫升）：人参粉末的质量（克）为 30-100，萃取结束后，减压回收正丁醇饱和水溶液，得到含有皂苷 20R-Rg3、20S-Rg3、Rk1、Rg5 的人参皂苷提取物。

一种增加人参总皂苷提取物中稀有皂苷含量的方法

技术领域

本发明涉及一种增加人参总皂苷提取物中稀有皂苷含量的方法，具体涉及增加 20R-Rg3、20S-Rg3、Rk1、Rg5 等在人参总皂苷中含量的方法。

背景技术

人参皂苷 20R-Rg3、20S-Rg3、Rk1、Rg5 是人参中含有的一种二醇型人参皂苷。具有很高的抗癌活性与提高记忆力活性（参考文献：张晶，王世荣，陈全成，等。人参皂苷 Rg3 (R)，Rg3 (S)，Rg5 / Rk1 对乙醇致小鼠记忆阻碍改善作用的影响。吉林农业大学学报，2006，28 (3)：283~284)。由于天然人参中不存在 Rk1、Rg5（通过人参高效液相色谱图看出，见说明书附图：图一），所以如何大量制备 20R-Rg3、20S-Rg3、Rk1、Rg5 具有重要的研究价值和广泛的应用前景。

发明内容

本发明提供了一种增加人参总皂苷提取物中稀有皂苷含量的方法，是可直接由人参干燥根粉末制备稀有皂苷 20R-Rg3、20S-Rg3、Rk1、Rg5 含量高的人参总皂苷提取物的方法。其步骤和条件如下：

将人参干燥根加工成粉末，加入氯仿、石油醚或乙醚有机溶剂，用索氏提取器进行脱脂，氯仿、石油醚或乙醚的体积（毫升）：人参干燥根粉末质量（克）的配比为 10-100，提取时间为 3 小时，提取结

束后倾出氯仿、石油醚或乙醚，残渣用正丁醇饱和水进行提取，正丁醇饱和溶液体积（毫升）：人参粉末质量（克）为 10-100，进行超声波提取，提取条件为：功率在 300W 至 500W，温度为 20℃至 50℃，提取时间为 0.5 小时至 2 小时，提取结束后过滤，滤液蒸干，残渣用水混悬，水的体积为（毫升）：人参粉末的质量（克）为 10-100，再向混悬液中加入冰醋酸溶液，冰醋酸的体积（毫升）：人参粉末的质量（克）为 4-20，放入蒸参箱中进行蒸制，蒸制温度为 120℃至 130℃，蒸制时间为 1 小时至 6 小时，蒸制结束后将混悬溶液取出，进行浓缩，浓缩至蒸制前混悬溶液体积的五分之一，浓缩后的混悬溶液用正丁醇饱和水溶液萃取，正丁醇饱和水溶液的加入体积（毫升）：人参粉末的质量（克）为 30-100，萃取结束后，减压回收正丁醇饱和水溶液，得到含有皂苷 20R-Rg3、20S-Rg3、Rk1、Rg5 的人参皂苷提取物。

利用高压液相色谱，通过色谱峰面积来测定总皂苷中 20R-Rg3、20S-Rg3、Rk1、Rg5 的含量。

有意效果：本发明提供了一种增加人参总皂苷中稀有皂苷 20R-Rg3、20S-Rg3、Rk1、Rg5 含量的方法，可得稀有皂苷 20R-Rg3、20S-Rg3、Rk1、Rg5 含量很高的人参皂苷提取物。其中获得的人参总皂苷，经过高压液相色谱分析，人参总皂苷中 20R-Rg3、20S-Rg3 的含量比一般人参干燥根增加 20-50 倍。并且产生了人参干燥根中没有的 Rk1、Rg5，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

图 1 为人参干燥根利用常规方法制备的总皂苷提取物的高效液相色谱图。其中 20R-Rg3 的含量非常少，并且未发现 20S-Rg3、Rk1、Rg5 的色谱峰

图 2 为利用本发明提供的方法制备的人参总皂苷提取物的高效液相色谱图。可以看出 (20S) -Rg₃ 与 (20R) -Rg₃ 的含量显著提高，其中 Rg₃ 的含量比一般人参干燥根增加 20~50 倍，并且得到了人参干燥根中没有的 Rk1、Rg5。

图 1 与图 2 的高效液相色谱图中 1、2、3、4 号色谱峰分别代表单体皂苷：20S-Rg3、20R-Rg3、Rk1、Rg5。

具体实施方式

实施例 1

50 毫升氯仿中加入 2 克人参干燥根粉末，用索氏提取器进行脱脂反应 3 小时，倾出氯仿后将残渣用 50 毫升水饱和正丁醇进行超声波提取，在 500 瓦，30℃ 的条件下超声提取 1 小时，提取结束后过滤，将滤液蒸干，残渣用 50 毫升水混悬，混悬液中加入 10 毫升冰醋酸溶液，将水混悬液放入高温蒸参箱中进行蒸制，在 120℃ 的条件下蒸制 1 小时，蒸制结束后将混悬溶液取出，将混悬溶液浓缩至 20 毫升，用 100 毫升水饱和正丁醇溶液萃取，共萃取三次，三次的水饱和正丁醇用量分别为 30 毫升、30 毫升、40 毫升。萃取结束后减压回收正丁醇，残渣用 9 毫升甲醇与 1 毫升吡啶定容于 10 毫升的容量瓶中，摇匀，可得 20R-Rg3、20S-Rg3、Rk1、Rg5 含量显著提高的人参皂苷

提取物,其中 20R-Rg3、20S-Rg3 分别较一般人参提取物中增加了 55、85 倍。 Rk1、Rg5 这两种单体皂苷为新生成的化合物。

实施例 2

100 毫升氯仿中加入 2 克人参干燥根粉末,用索氏提取器进行脱脂反应 3 小时,倾出氯仿后将残渣用 50 毫升水饱和正丁醇进行超声波提取,在 500 瓦,30℃的条件下超声提取 40 分钟,提取结束后过滤,将滤液蒸干,残渣用 70 毫升水混悬,混悬液中加入 20 毫升冰醋酸溶液,将水混悬液放入高温蒸参箱中进行蒸制,在 125℃的条件下蒸制 1.5 小时,蒸制结束后将混悬溶液取出,将混悬溶液浓缩至 20 毫升,用 120 毫升水饱和正丁醇溶液萃取,共萃取三次,三次的水饱和正丁醇用量分别为 40 毫升、40 毫升、40 毫升。萃取结束后减压回收正丁醇,残渣用 9 毫升甲醇与 1 毫升吡啶定容于 10 毫升的容量瓶中,摇匀,可得 20R-Rg3、20S-Rg3、Rk1、Rg5 含量显著提高的人参皂苷提取物,其中 20R-Rg3、20S-Rg3 分别较普通人参提取物中 20R-Rg3、20S-Rg3 增加了 50、100 倍。 Rk1、Rg5 这两种单体皂苷为新生成的化合物。

实施例 3

100 毫升氯仿中加入 2 克人参干燥根粉末,用索氏提取器进行脱脂反应 3 小时,倾出氯仿后将残渣用 100 毫升水饱和正丁醇进行超声波提取,在 500 瓦,30℃的条件下超声提取 60 分钟,提取结束后过滤,将滤液蒸干,残渣用 70 毫升水混悬,混悬液中加入 15 毫升冰醋酸溶液,将水混悬液放入高温蒸参箱中进行蒸制,在 125℃的条件下

蒸制 2 小时，蒸制结束后将混悬溶液取出，将混悬溶液浓缩至 20 毫升，用 90 毫升水饱和正丁醇溶液萃取，共萃取三次，三次的水饱和正丁醇用量分别为 30 毫升、30 毫升、30 毫升。萃取结束后减压回收正丁醇，残渣用 9 毫升甲醇与 1 毫升吡啶定容于 10 毫升的容量瓶中，摇匀，可得 20R-Rg3、20S-Rg3、Rk1、Rg5 含量显著提高的人参皂苷提取物，其中 20R-Rg3、20S-Rg3 分别较人参普通提取物中增加了 60、75 倍。Rk1、Rg5 这两种单体皂苷为新生成的化合物。

实施例 4

150 毫升氯仿中加入 2 克人参干燥根粉末，用索氏提取器进行脱脂反应 3 小时，倾出氯仿后将残渣用 50 毫升水饱和正丁醇进行超声波提取，在 400 瓦，30℃ 的条件下超声提取 50 分钟，提取结束后过滤，将滤液蒸干，残渣用 150 毫升水混悬，混悬液中加入 20 毫升冰醋酸溶液，将水混悬液放入高温蒸参箱中进行蒸制，在 125℃ 的条件下蒸制 6 小时，蒸制结束后将混悬溶液取出，将混悬溶液浓缩至 20 毫升，用 150 毫升水饱和正丁醇溶液萃取，共萃取三次，三次的水饱和正丁醇用量分别为 50 毫升、50 毫升、50 毫升。萃取结束后减压回收正丁醇，残渣用 9 毫升甲醇与 1 毫升吡啶定容于 10 毫升的容量瓶中，摇匀，可得 20R-Rg3、20S-Rg3、Rk1、Rg5 含量显著提高的人参皂苷提取物，其中 20R-Rg3、20S-Rg3 分别较普通人参提取物增加了 55、70 倍。Rk1、Rg5 这两种单体皂苷为新生成的化合物。

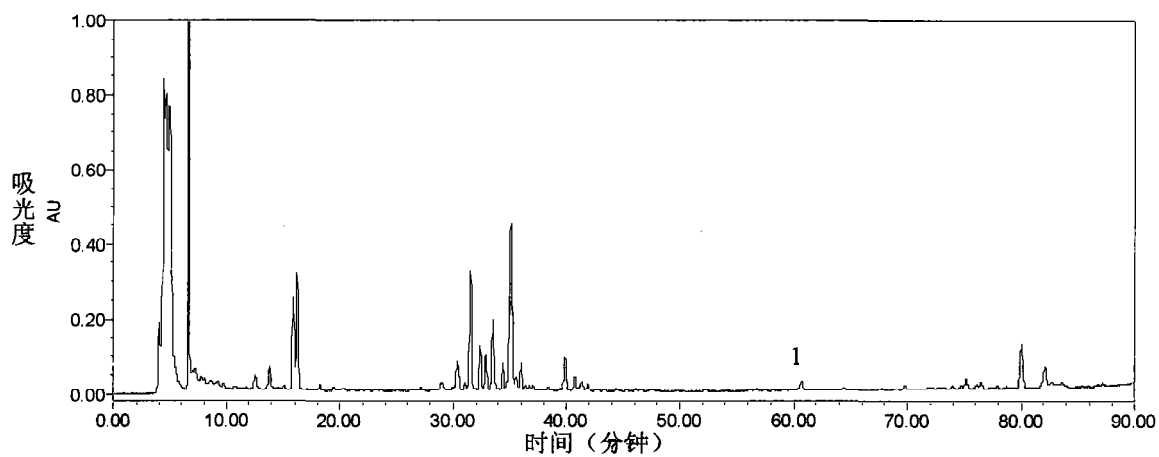


图 1

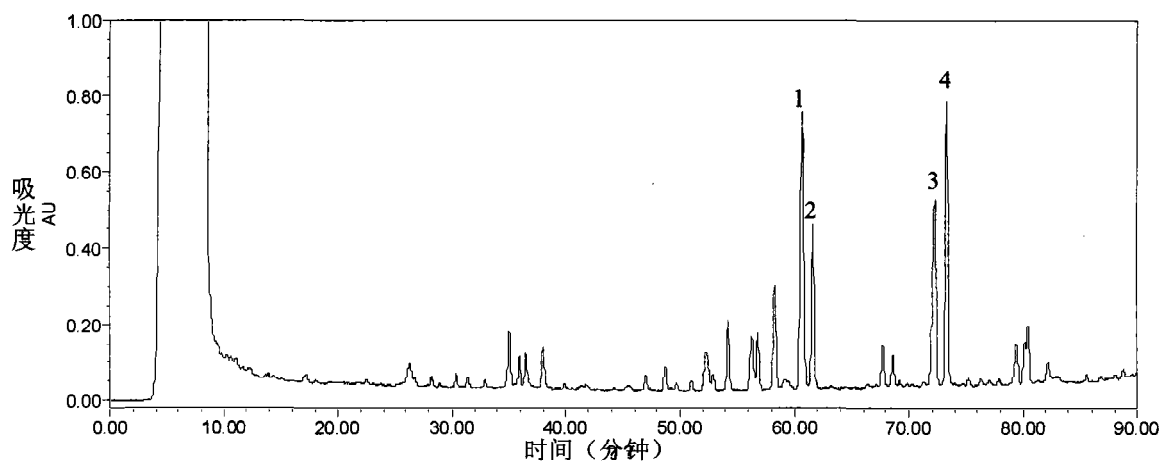


图 2